



Industria Textilă

ISSN 1222-5347 (113-168)

3/2012

Revistă cotate ISI și inclusă în Master Journal List a Institutului pentru Știința Informării din Philadelphia – S.U.A., începând cu vol. 58, nr. 1/2007/

ISI rated magazine, included in the ISI Master Journal List of the Institute of Science Information, Philadelphia, USA, starting with vol. 58, no. 1/2007

Editată în 6 nr./an, indexată și recenzată în:

Edited in 6 issues per year, indexed and abstracted in:

Science Citation Index Expanded (SciSearch®), Materials Science Citation Index®, Journal Citation Reports/Science Edition, World Textile Abstracts, Chemical Abstracts, VINIPI, Scopus

COLEGIUL DE REDACȚIE:

Dr. ing. EMILIA VISILEANU
cerc. șt. pr. gr. I – EDITOR ȘEF
Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare
pentru Textile și Pielărie – București
S.C. MEDTEX DESIGN & PRODUCTION S.R.L.

Dr. ing. CARMEN GHIȚULEASA
cerc. șt. pr. II
Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare
pentru Textile și Pielărie – București

Prof. dr. GELU ONOSE
cerc. șt. pr. gr. I
Universitatea de Medicină și Farmacie
„Carol Davila” – București

Prof. dr. GEBHARDT RAINER
Saxon Textile Research Institute –
Germania

Prof. dr. ing. CRIȘAN POPESCU
Institutul German de Cercetare a Lânii –
Aachen

Prof. dr. ing. PADMA S. VANKAR
Facility for Ecological and Analytical Testing
Indian Institute of Technology – India

Prof. dr. SEYED A. HOSSEINI RAVANDI
Isfahan University of Technology – Iran

Prof. dr. FRANK MEISTER
TITK – Germania

Prof. dr. ing. ERHAN ÖNER
Marmara University – Istanbul

Dr. ing. FAMING WANG
Lund University – Sweden

Conf. univ. dr. ing. CARMEN LOGHIN
Universitatea Tehnică „Ghe. Asachi” – Iași

Ing. MARIANA VOICU
Ministerul Economiei, Comerțului
și Mediului de Afaceri

Conf. univ. dr. ing.
LUCIAN CONSTANTIN HANGANU
Universitatea Tehnică „Ghe. Asachi” – Iași

Prof. ing. ARISTIDE DODU
cerc. șt. pr. gr. I
Membru de onoare al Academiei de Științe
Tehnice din România

DESHAN CHENG, XIAOYAN LIU, JIHONG WU, WEIDONG YU

Pelicule multistrat pe bază de nanoparticule de argint, autoasamblate pe țesături din bumbac, și proprietățile ignifuge ale acestora 115–120

**ALEXANDRA ENE, CARMEN MIHAI, OVIDIU BURLACU,
RADU S. ZGARBURĂ**

Managementul riscului în proiectarea și realizarea dispozitivelor medicale invazive de tip shunt venos, din materiale textile 121–130

**DANIELA BARBULOV - POPOV, NENAD ĆIRKOVIĆ,
JOVAN STEPANOVIĆ, MIRJANA RELJIĆ**

Analiza parametrilor care influențează rezistența cusăturilor 131–136

MARGARETA FLORESCU, EMILIA VISILEANU
Analiza statistică și eficiența participării României
la proiecte europene 137–143

**AYLIN YILDIZ, RIZA ATAV, MERVE ÖZTAŞ, A. ÖZGÜR AĞIRGAN,
Z. EVRIM KANAT**

Studierea posibilității folosirii cuprului ciclohexan monocarboxilat (naftenatului de cupru) în calitate de colorant textil 144–150

**A. R. STOIAN, M. POPESCU, V. STRĂMBU,
G. ONOSE, V. T. GRIGOREAN**

Materiale protetice și răspunsul organismului gazdă la implantarea acestora în tratamentul chirurgical al herniilor inghinale și al altor defecte parietale 151–158

JIANG JINHUA, WANG ZEXING, CHEN NANLIANG

Relația dintre structurile textile cu forme prestabilite și permeabilitatea transversală, în procesele de modelare a compozitelor lichide 159–165

DOCUMENTARE 136, 166–167

IN MEMORIAM 168

Recunoscută în România, în domeniul Științelor Inginerești, de către
Consiliul Național al Cercetării Științifice din Învățământul Superior
(C.N.C.S.I.S.), în grupa A /

Acknowledged in Romania, in the engineering sciences domain,
by the National Council of the Scientific Research from the Higher Education
(CNCSIS), in group A

<p>DESHAN CHENG XIAOYAN LIU JIHONG WU WEIDONG YU</p>	<p>Self-assembled multilayer of silver nanoparticles on cotton fabric and its flame-retardant property</p>	<p>115</p>
<p>ALEXANDRA ENE CARMEN MIHAI OVIDIU BURLACU RADU S. ZGARBURĂ</p>	<p>Risk management in designing and producing invasive medical devices of venous shunt type, made of textile materials</p>	<p>121</p>
<p>DANIELA BARBULOV - POPOV NENAD ĆIRKOVIĆ JOVAN STEPANOVIĆ MIRJANA RELJIĆ</p>	<p>The analysis of the parameters that influence the seam strength</p>	<p>131</p>
<p>MARGARETA FLORESCU EMILIA VISILEANU</p>	<p>Statistical analysis and the efficiency of Romania's participation in European projects</p>	<p>137</p>
<p>AYLIN YILDIZ RIZA ATAV MERVE ÖZTAŞ A. ÖZGÜR AĞIRGAN Z. EVRİM KANAT</p>	<p>Investigation of the usage possibility of copper cyclohexane monocarboxylate (copper naphthenate) as a textile dye</p>	<p>144</p>
<p>A. R. STOIAN M. POPESCU V. STRĂMBU G. ONOSE V. T. GRIGOREAN</p>	<p>Prosthetic materials and host response to prosthetic material implantation in surgical cure of inghinal hernias and other parietal defects</p>	<p>151</p>
<p>JIANG JINHUA WANG ZEXING CHEN NANLIANG</p>	<p>Relation of transverse permeability and textile preform structure in liquid composites moulding processes</p>	<p>159</p>
<p>DOCUMENTATION</p>	<p>DOCUMENTATION</p>	<p>136, 166</p>
<p>IN MEMORIAM</p>	<p>IN MEMORIAM</p>	<p>168</p>

Referenții articolelor publicate în acest număr al revistei **INDUSTRIA TEXTILĂ**/
Scientific reviews for the papers published in this number.

Cerc. șt. gr. I prof. dr. ing./ *Senior researcher prof. dr. eng.* EFTALEA CĂRPUȘ
Cerc. șt. gr. I dr. ing./ *Senior researcher dr. eng.* EMILIA VISILEANU
Cerc. șt. gr. II dr. ing./ *Senior researcher dr. eng.* IULIANA DUMITRESCU
Cerc. șt. gr. III dr. ing./ *Senior researcher dr. eng.* ALINA POPESCU
Cerc. șt. gr. II ing./ *Senior researcher eng.* MARIA DAN
Cerc. șt. gr. III ing./ *Senior researcher eng.* LILIOARA SURDU
Redactor-șef/ *Editor in chief* MARIUS IORDĂNESCU

Revista „INDUSTRIA TEXTILĂ”, Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare
pentru Textile și Pielărie – București

Redacția (Editura CERTEX), administrația și casieria: București, str. Lucrețiu Pătrășcanu nr. 16, sector 3, Tel.: 021-340.42.00, 021-340.02.50/226, e-mail: certex@ns.certex.ro; Fax: +4021-340.55.15. Pentru abonamente, contactați redacția revistei. Instituțiile pot achita abonamentele în contul nostru de virament: RO25RNCB0074029214420001 B.C.R. sector 3, București.

Lucrare realizată în colaborare cu **Editura AGIR**, Calea Victoriei nr. 118, sector 1, București, tel./fax: 021-316.89.92; 021-316.89.93; e-mail: editura@agir.ro, www.edituraagir.ro

Self-assembled multilayer of silver nanoparticles on cotton fabric and its flame-retardant property

DESHAN CHENG
XIAOYAN LIU

JIHONG WU
WEIDONG YU

REZUMAT – ABSTRACT

Peliclele multistrat pe bază de nanoparticule de argint, autoasamblate pe țesături din bumbac și proprietățile ignifuge ale acestora

Peliclele multistratificate, formate din nanoparticule de argint (AgNPs) și polielectrolit, au fost realizate prin tehnica depunerii strat cu strat (LbL), cu scopul de a îmbunătăți proprietățile ignifuge ale țesăturilor de bumbac. Numărul proceselor de autoasamblare a fost verificat prin spectrometria UV-Vis. Spectrele de absorbție UV-Vis au furnizat dovezi privind dezvoltarea ulterioară a peliclei multistratificate, reprezentând o intensificare progresivă a absorbției optice. Morfologia suprafeței materialelor peliculizate a fost caracterizată cu ajutorul microscopului electronic de scanare cu baleiaj (SEM). Imaginile arată că particulele de AgNP au fost dispersate uniform pe suprafața țesăturii de bumbac. Stabilitatea termică și flamabilitatea țesăturilor peliculizate au fost evaluate prin analiza termogravimetrică și prin determinarea proprietăților de propagare a flăcării pe epruvete orientate vertical. Rezultatele demonstrează că autoasamblarea LbL reprezintă o metodă utilă pentru a conferi proprietăți ignifuge țesăturilor din bumbac.

Cuvinte-cheie: nanoparticule de argint, autoasamblare LbL, proprietăți ignifuge, propagarea flăcării pe epruvete orientate vertical

Self-assembled multilayer of silver nanoparticles on cotton fabrics and its flame-retardant property

Multilayer films consisting of silver nanoparticles (AgNPs) and polyelectrolyte have been fabricated via layer-by-layer (LbL) self-assembly technique in an effort to improve the flame-retardant property of the cotton fabrics. The number of self-assembly processes was verified by UV-Vis spectrometry. The UV-Vis absorption spectra provided evidence for subsequent growth of multilayer film, exhibiting progressive enhancement of optical absorption. The surface morphology of the coated fabrics was characterized with scanning electron microscopy (SEM). The images show that the AgNPs were uniformly dispersed on the cotton fabric surface. The thermal stability and combustibility of the coated cotton fabrics were evaluated by thermogravimetric analysis and vertical flame tests, respectively. The results demonstrate that LbL self-assembly is a useful method for imparting flame-retardant property to cotton fabric.

Key-words: silver nanoparticles, LbL self-assembly, flame-retardant property, vertical flame test

Cotton is one of the most versatile natural fibers, extensively used in upholstery, slipcovers and curtains because of its comfort and durability. Unfortunately, despite the lucrative properties mentioned above, it is also a highly combustible material and can produce large quantities of smoke once subjected to fire. As known, many people die of textile fires each year worldwide [1]. For personal safety, it is important to make cotton fabric less flammable. There are many ways to increase the fire resistance of textile and one common method is coating inorganic thin films on fabric to improve its flame-retardant property [2-6]. Mainly due to the low costs, the coating technology is an economical and effective way to modify the surface of fabrics.

Nanocoating is an effective way for natural fabric to impart specific functionalities and properties. Several coating methods are widely used to improve the flame-retardant property of cotton fabrics, including sputtering [7], hydrothermal [8], sol-gel [9], pad-dry-cure [10] and so on. Nevertheless, most of these approaches have disadvantages, such as requiring special instruments and high temperature or having difficulty in homogeneously dispersing the nanoparti-

cles. Recently, the LbL assembly technology has emerged as a promising way for the formation of multilayer thin films, due to its low cost, easy process, controllable thickness and the fact that can form quite stable multilayer films [11].

The LbL self-assembly technology has been of great interest since the method was presented by Decher in 1991 [12,13]. The technique allows the construction of multilayer films on charged substrates by sequential adsorption of oppositely charged species from an aqueous solutions [14]. This technology has appeared as a promising method for the modification of textiles to realize the special function. As mentioned previously, several groups have reported the fabrication of multilayer films on textiles via LbL assembly. Dubas S.T. et al., have reported that the polyelectrolyte and anionic Scarlet dye were deposited on Nylon fibers to modify the surface of dyeability [15]. Dubas S.T. et al, have also applied the layer-by-layer method to deposit silver nanoparticles multilayers on cotton fabric for antimicrobial activity [16]. Ugur S. S. et al, have fabricated the ZnO nanoparticles thin films on cotton fabrics for protection against ultraviolet radiation [17].

In this work, the LbL assembly technology was employed to improve the thermal stability property of the cotton fabrics. The cotton fabrics were first treated with CHTAC and then LbL self-assembled of multilayer films of AgNPs and polyelectrolyte. The SEM and TGA-DTG analyses were carried out on the coated fabrics for morphological and thermal characterizations. Finally, the coated fabrics flammability was measured by the vertical flame test.

EXPERIMENTAL PART

Materials used

The plain weave cotton fabric was used as the substrate for LbL nanocoating. 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride was used as a cationising agent (CHTAC, TCI Co). An aqueous solution of poly(diallyldimethylammonium chloride) (PDDA; Aldrich, Mw = 100,000–200,000 g/mol, 20 wt.% in water) was diluted to 2 mg/mL with 0.5 M NaCl aqueous solution. All the chemicals were of analytic grade and were used without further purification.

Preparation of the colloidal silver particles

In a typical experiment [18], colloidal silver particles were prepared by dropwise addition of NaBH₄ solution (50.0 mM, 1.0 mL) to an aqueous solution of AgNO₃ (0.1 mM, 100 mL) in the presence of trisodium citrate (0.3 mM) and under vigorous stirring. The colloidal silver particles were obtained and aged for 2 hours prior to use.

Pretreatment of cotton fabrics

Cationic cotton fabrics were prepared by using 2,3-epoxypropyltrimethylammonium chloride to introduce the activity sites onto the surface of fiber. CHTAC was activated by reacting it with sodium hydroxide at a 1:2 mol ratio with the solution pH maintained below 11. Fabrics were treated with mixture solution for 90 minutes at 75°C, and then rinsed several times with water and finally neutralized with acetic acid (1 g/l). Finally, the samples were dried and sealed in bags.

Deposition of silver nanoparticles on fabrics

The films were deposited on cotton fabric using the procedure shown schematically in figure 1. The cationized cotton fabric was immersed into the oppositely charged colloidal silver for 10 minutes. As a result, the cotton fabric was negatively charged due to adsorption of colloidal silver. The negatively charged cotton fabric was immersed into the oppositely charged solution PDDA for 10 minutes. After each layer deposition, samples were rinsed with water and dried with gentle stream of nitrogen. The adsorption and rinsing steps were repeated until the desired number of bilayers was obtained.

Characterization of the coated cotton

The growth of LbL self-assembly film was monitored by UV-Vis spectrometer (U-4100, Hitachi, Japan). The AgNPs-coated cotton fabric surfaces were char-

acterized by SEM (S-4800, HITACHI, Japan). The energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) provides information about elemental compositions of the sample to a depth of 2 μm on the sample surface.

Thermal analysis

Thermal degradation and the corresponding mass loss of AgNPs-coated cotton fibres were determined by performing thermogravimetric and differential thermal analysis. The analysis were performed under nitrogen atmosphere, using an TGA 209 (Netzsch, Germany) thermoanalytical apparatus. The samples were carried out at temperature ranging from 30 to 600°C at a heating rate of 10°C/minute.

Vertical flame tests

The flammability of the cotton fabric was measured by vertical flame tests (YG(B)815D-I, China). In the vertical flammability test, each of these 20 cm × 10 cm specimens were dried in an oven and were kept in desiccators before the testing. The specimen was suspended vertically in a holder and subjected to a standard flame along their bottom edge for a specified time under controlled conditions. Pictures of the samples before and after the flammability tests were recorded using a digital camera.

RESULTS AND DISCUSSIONS

Characterization of colloidal silver particles

We have studied the electrostatic properties of the silver nanoparticles and PDDA solutions by determination of their zeta potential for assuring that the AgNPs can be deposited on cationized cotton successfully. The opposite charges of the two solutions were confirmed by dynamic light scattering with values of: -17 mv for colloidal silver particles and +55 mv for PDDA solution, showing that they can interact by electrostatic forces. The AgNPs were characterized by SEM and UV-Vis spectrometry. As shown in figure 2a, we observed an intensity of the characteristic surface plasmon band in the UV-Vis spectroscopy at 400 nm, which is attributed to the plasmon absorption band of spherical silver particles [18]. The morphology of the colloidal silver particles were further investigated in detail by SEM. The SEM of the silver particles deposited on glass is shown in

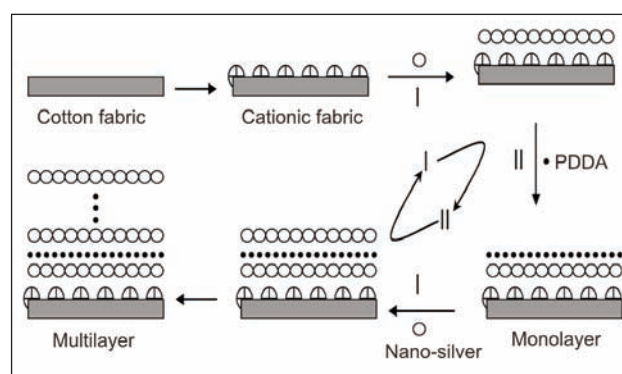
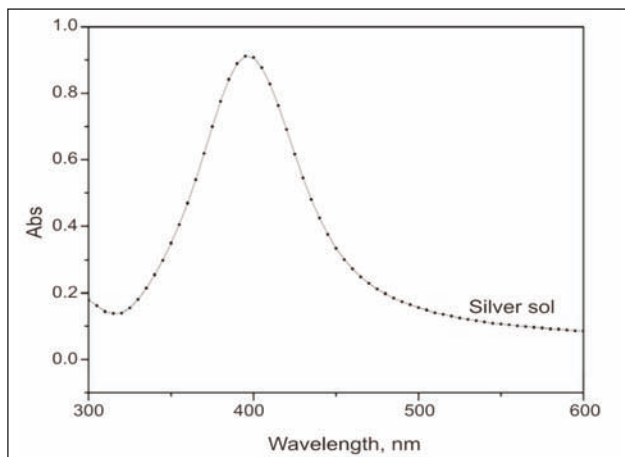
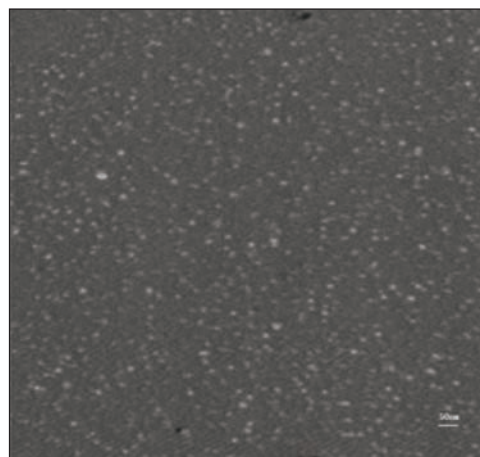


Fig. 1. Schematic illustrations of alternate LbL assembly



a



b

Fig. 2:

a – UV-Vis absorption spectra of AgNPs in solution; **b** – SEM image of AgNPs deposited on glass substrate

figure 2b. From figure 2b the silver nanoparticles are mainly spherical in shape and uniformly dispersed on the surface of glass. The distance between particles is very uniform. The separation of the silver nanoparticles is credited to the presence of citric acid radical adsorbed on the silver surface. The three citric acid radical provide the barrier for particle agglomeration through their electrostatic interactions [19].

UV-Vis analysis

UV spectrometry was employed to monitor the coated cotton during the assembling process. Figure 3 shows the absorbance exhibited a characteristic absorption peak at 420 nm. The AgNPs has a characteristic absorption peak at 400 nm, while the solution of PDDA has no absorption in this region [20]. Hence, the band at 420 nm can be attributed to the adsorption of silver nanoparticles. Moreover, with the increase in the deposition cycles, the absorbance at 420 nm increased accordingly, indicating a regular multilayer film has been constructed. From the UV-visible spectroscopy, the multilayer films displayed significantly red-shifted absorption spectra compared to those of colloidal silver particles. The reason for this is that the PDDA is a polar molecules, and the AgNPs can take effect with it both in the excited state and ground state, which will lead to the energy of the $\pi-\pi^*$ electronic transitions decreasing and tend to move the peak to longer wavelength [21].

SEM-EDS analysis

The surface morphology of the coated cotton fibers was shown in figure 4a. From figure 4a almost the whole cotton single fiber is coated with a grainy layer. Moreover, the particles dispersed homogeneously on the cotton fabrics may be attributed to the identical electrical charges on the surfaces of the AgNPs. The existence of silver element on the cotton fabrics was further analyzed by energy dispersive spectra (EDS). The EDS of the coated cotton fabric was shown in figure 4b. It can be seen that only silver element are detected except the carbon and oxygen element

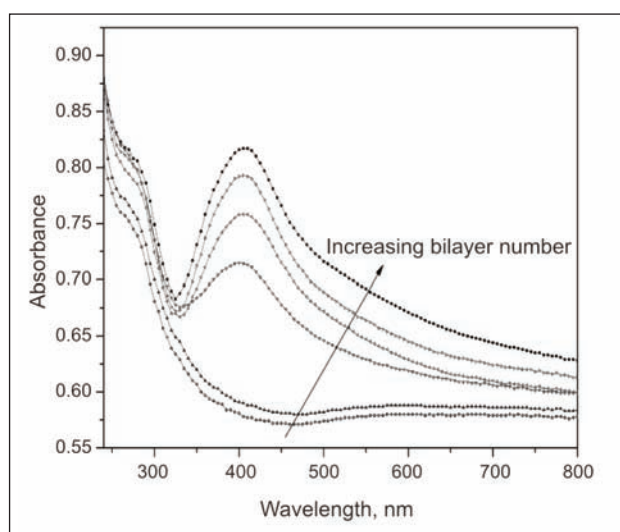
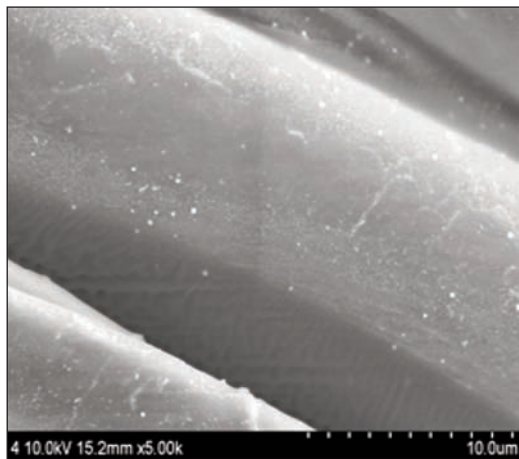


Fig. 3. UV-Vis absorption spectra of AgNPs deposited on cotton fabric via LbL assembly

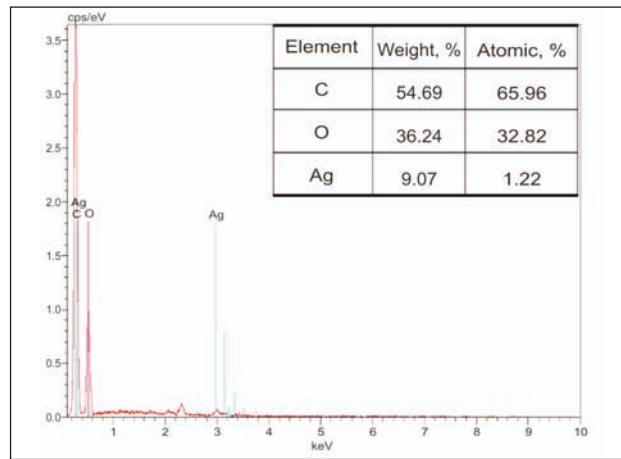
coming from the cotton substrate and the content of silver element on the ten-bilayer AgNPs/PDDA cotton fabric is 9.07%. These results suggest that the colloidal silver particles coating on cotton fabrics was successfully prepared by self-assembled.

Thermal analysis

In order to understand the thermal stability of the coated cotton fabrics, the thermal degradation behaviors of the samples were evaluated by TG and DTG in a nitrogen atmosphere. The TG and DTG curves of cotton fabrics that is uncoated and with ten bilayers of AgNPs and PDDA are presented in figure 5a and figure 5b. For uncoated cotton, the initial decomposition temperatures of 5 weight losses occurs at 250°C with an 7.8% residue remaining at 600°C, while for the ten bilayer sample the temperature of 5 weight loss occurs at 270°C with an 27.5% residue remaining at 600°C according to the TG. The remaining masses would probably be some carbonized substances on the fabrics, which are not



a



b

Fig. 4:

a – SEM images of coated cotton fabric; **b** – the elemental analysis of coated cotton fabric

easily decomposed at this temperature range. The results from DTG curves show that the degradation temperature of the ten bilayer sample is about 30°C higher than the original fabric. From the study we can know that the thermal stability of the coated fabrics is improved as the residual mass and degradation temperature increasing. This is because the inorganic silver nanoparticles exist on cotton fibres, which can act as a mass transport barrier and an insulator between the cotton fabrics and the heat source during the degradation process.

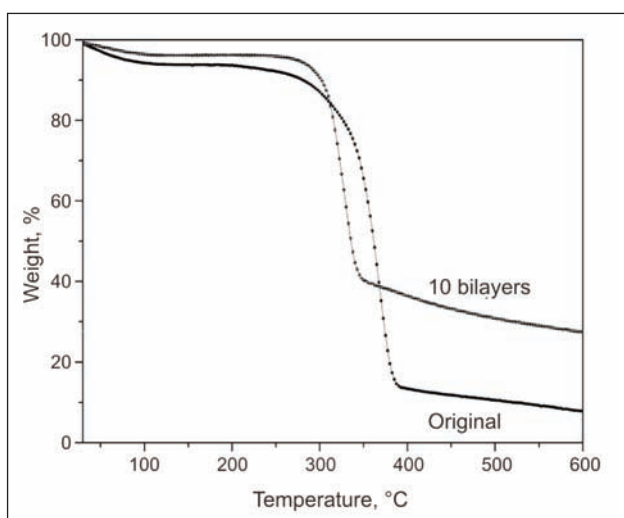
Flammability tests

The vertical flammability test was used to evaluate flame retardant properties of the coated cotton fabrics. Figure 6a and figure 6b show the original cotton fabric (left) and coated with ten bilayers of AgNPs and PDDA (right) before and after the vertical flammability test. Compared with the original fabric,

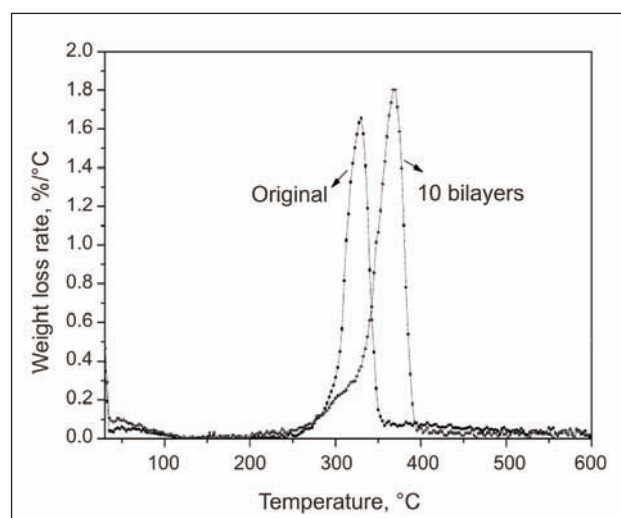
the color of coated fabric is yellow, because the silver nanoparticles have been adsorbed on cotton surface (fig. 6a). Through combustion experiments, we found that the uncoated cotton fabric was rapidly combust until the entire fabric was burnt down, there was no fabric left on the sample holder, while the ten bilayer sample left significant char as shown in figure 6b. The improvement in flame retardancy of the coated cotton can be explained by the silver nanoparticles as insulating layers which accumulate at the surface and form a barrier to oxygen diffusion, thereby slowing down the burning process [22]. These insulating layers can block up the access of gas generated from the combustion and thus prevent the fabrics from burning.

CONCLUSIONS

A simple and effective procedure has been applied to prepare AgNPs/PDDA on cotton fabric and the enhanced thermal stability and flame-retardant pro-



a



b

Fig. 5:

a – thermogravimetric degradation of TG;
b – curves in a nitrogen atmosphere of cotton fabrics that is uncoated or with ten bilayers of AgNPs and PDDA

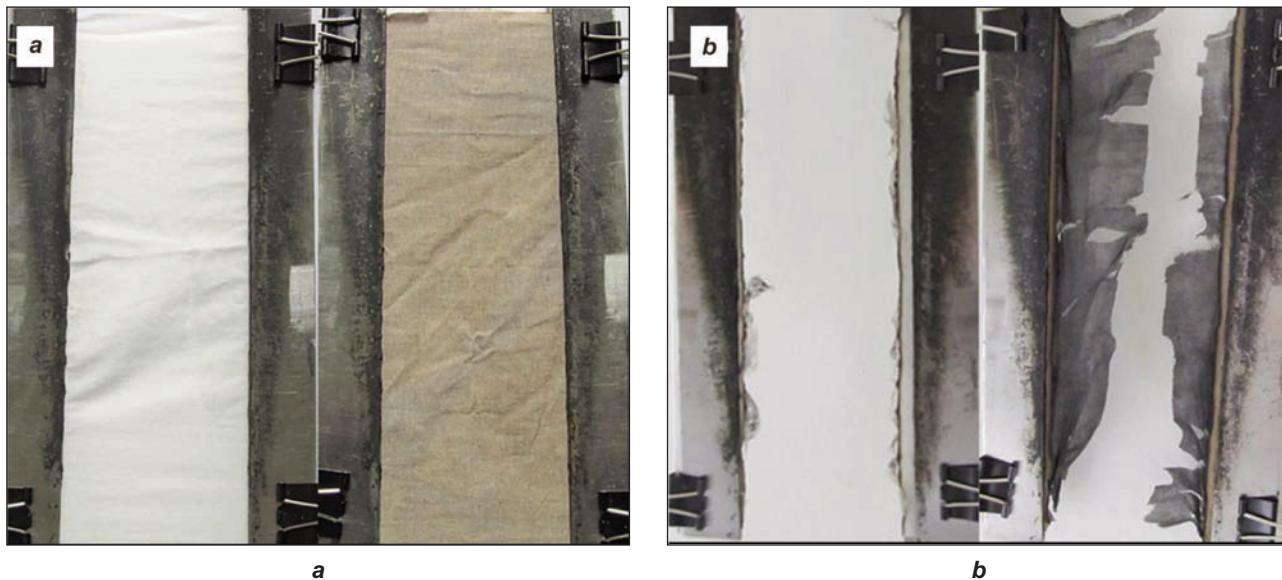


Fig. 6. Flammability comparison of cotton fabrics:
a – before combustion; **b** – after combustion

properties is presented and discussed. The assembly processes were monitored by UV-Vis spectrometry, the results showed that the absorbance was increased with the increasing number of the self-assembled bilayers. The SEM images confirmed the presence of silver nanoparticles on the fiber surface. Thermogravimetric analysis showed that the coated cotton fabrics considerably enhanced the thermal stability and increased the char residue by about 19.7% relative to the sample without coated. Vertical

flammability tests revealed that the silver nanoparticles as an insulating layers to provide flame retardancy for the cotton fabrics.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by the Fundamental Research Funds for the Central Universities, China (11D10108) and the Ph. D. Programs Foundation of Dong Hua University, China (10106-0019020). We are also thankful to the members of Textile Material and Technology Lab for their help.

BIBLIOGRAPHY

- [1] Lu, H., Song, L., Hu, Y. *A review on flame retardant technology in China. Part II: Flame retardant polymeric nanocomposites and coatings*. In: *Polymers for Advanced Technologies*, 2011, vol. 22, issue 4, p. 379
- [2] Chapple, S.A., Ferg, E. *The influence of precursor ratios on the properties of cotton coated with a sol-gel flame retardant*. In: *AATCC Review*, 2006, vol. 6, issue 11, p. 36
- [3] Alongi, J., Ciobanu, M., Malucelli, G. *Sol-gel treatments for enhancing flame retardancy and thermal stability of cotton fabrics: Optimisation of the process and evaluation of the durability*. In: *Cellulose*, 2011, vol. 18, issue 1, p. 167
- [4] Wang, G., Yang, J. *Influences of binder on fire protection and anticorrosion properties of intumescent fire resistive coating for steel structure*. In: *Surface and Coatings Technology*, 2010, vol. 204, issue 8, p. 1 186
- [5] Hribernik, S., Smole, M.S., Kleinschek, K.S., Bele, M., Jamnik, J., Gaberscek, M. *Flame retardant activity of SiO₂-coated regenerated cellulose fibres*. In: *Polymer Degradation and Stability*, 2007, vol. 92, issue 11, p. 1 957
- [6] Drevelle, C., Lefebvre, J., Duquesne, S., Le Bras, M., Poutch, F., Vouters, M., Magniez, C. *Thermal and fire behaviour of ammonium polyphosphate/acrylic coated cotton/PESFR fabric*. In: *Polymer Degradation and Stability*, 2005, vol. 88, issue 1, p.130
- [7] Cai, Y., Wu, N., Wei, Q., Zhang, K., Xu, Q., Gao, W., Song, L., Hu, Y. *Structure, surface morphology, thermal and flammability characterizations of polyamide6/organic-modified Fe-montmorillonite nanocomposite fibers functionalized by sputter coating of silicon*. In: *Surface and Coatings Technology*, 2008, vol. 203, issue 3-4, p. 264
- [8] Mao, Q., Zhang, L., Huang, D., Wang, D., Huang, Y., Xu, H., Cao, H., Mao, Z. *Preparation and characterization of flame-retardant lamellar Mg(OH)₂ thin films on citric acid-treated cotton fabrics*. In: *Surf. Interface Anal*, 2011, vol. 43, issue 5, p. 903
- [9] Alongi, J., Ciobanu, M., Malucelli, G. *Sol-gel treatments for enhancing flame retardancy and thermal stability of cotton fabrics: Optimisation of the process and evaluation of the durability*. In: *Cellulose*, 2011, vol. 18, issue 1, p. 167

- [10] Lam, Y. L., Kan, C. W., Yuen, C. W. M. *Effect of zinc oxide on flame retardant finishing of plasma pre-treated cotton fabric*. In: Cellulose, 2011, vol. 18, issue 1, p. 151
- [11] Paul, G. K., Bhaumik, A., Patra, A. S., Bera, S. K. *Enhanced photo-electric response of ZnO/polyaniline layer-by-layer self-assembled films*. In: Materials Chemistry and Physics, 2007, vol. 106, issue 2-3, p. 360
- [12] Decher, G., MacLennan, J., Reibel, J., Sohling, U. *Highly ordered ultrathin LC multilayer films on solid substrates*. In: Advanced Materials, 1991, vol. 3, issue 12, p. 617
- [13] Decher, G. *Fuzzy nanoassemblies: Toward layered polymeric multicomposites*. In: Science, 1997, vol. 277, issue 330, p. 1232
- [14] Kim, J., Fujita, S., Shiratori, S. *Fabrication and characterization of TiO₂ thin film prepared by a layer-by-layer self-assembly method*. In: Thin Solid Films, 2006, vol. 3499, issue 1-2, p. 83
- [15] Dubas, S. T., Limsavarn, L., Iamsamai, C., Potiyaraj, P. *Assembly of polyelectrolyte multilayers on nylon fibers*. In: Journal of Applied Polymer Science, 2006, vol. 101, issue 5, p. 3286
- [16] Dubas, S. T., Kumlangduksana, P., Potiyaraj, P. *Layer-by-layer deposition of antimicrobial silver nanoparticles on textile fibers*. In: Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 2006, vol. 289, issue 1-3, p. 105
- [17] Ugur, S. S., Sarikci, M., Aktaş, A. H., Uçar, M. C., Erden, E. *Modifying of cotton fabric surface with nano-Zno multilayer films by layer-by-layer deposition method*. In: Nanoscale Research Letters, 2010, vol. 5, p. 1204
- [18] Jin, R., Cao, Y., Mirkin, C. A., Kelly, K. L., Schatz, G. C., Zheng, J. G. *Photoinduced conversion of silver nanospheres to nanoprisms*. In: Science, 2001, vol. 294, p. 1901
- [19] Deng, H., Li, X. L., Peng, Q., Wang, X., Chen, J. P., Li, Y. D. *Monodisperse magnetic single-crystal ferrite microspheres*. In: Angewandte Chemie International Edition, 2005, vol. 117, issue 18, p. 2842
- [20] Melby, L. R., Rose, N. J., Abramson, E., Caris, J. C. *Synthesis and fluorescence of some trivalent lanthanide complexes*. In: Journal of the American Chemical Society, 1964, vol. 86, issue 23, p. 5117
- [21] Ning, Y. C., Richard, R. E. *Structural identification of organic compounds and organic spectroscopy*. Science Press, Beijing, 2000
- [22] Lam, Y. L., Kan, C. W., Yuen, C. W. M. *Effect of titanium dioxide on the flame-retardant finishing of cotton fabric*. In: Journal of Applied Polymer Science, 2011, vol. 121, issue 1, p. 267

Authors:

DESHAN CHENG

XIAOYAN LIU

JIHONG WU

WEIDONG YU

TM Lab, College of Textile

Dong Hua University

Shanghai, 201620 China

e-mail: chengcds@mail.dhu.edu.cn

JIHONG WU

WEIDONG YU

College of Textile

Wuhan Textiles University

Wuhan, 430073 China



Managementul riscului în proiectarea și realizarea dispozitivelor medicale invazive de tip shunt venos, din materiale textile

ALEXANDRA ENE
CARMEN MIHAI

OVIDIU BURLACU
RADU S. ZGARBURĂ

REZUMAT – ABSTRACT

Managementul riscului în proiectarea și realizarea dispozitivelor medicale invazive de tip shunt venos, din materiale textile

Elaborarea analizei factorilor de risc și gestiunea riscului în proiectarea și fabricarea dispozitivelor medicale invazive (de exemplu, biomateriale hemostatice și shunt-uri venoase), din materiale textile, se realizează conform legislației naționale și internaționale în vigoare, luând în considerare standardele și normativele specifice aplicației. În stabilirea politicii de determinare a criteriilor de acceptabilitate a riscului, standardul SR EN ISO 14971:2009 permite producătorilor să aleagă dintr-o gamă de opțiuni permise de lege. Directivele europene privind dispozitivele medicale solicită ca, în selectarea celor mai potrivite soluții pentru proiectarea și construcția dispozitivelor, acestea trebuie să fie conforme cu principiile de siguranță, ținând seama de progresele general acceptate. În acest context, eliminarea sau reducerea riscurilor trebuie să fie astfel interpretate și aplicate, încât să se țină cont de tehnologia și practica existente în momentul proiectării și de considerațiile tehnice și economice compatibile cu un nivel ridicat de protecție a sănătății și de siguranță. Managementul riscului este un subiect complex, deoarece fiecare factor implicat are o valoare diferită, în funcție de probabilitatea de apariție a distrugerilor.

Cuvinte-cheie: dispozitive medicale invazive, biomateriale hemostatice, shunt-uri venoase, materiale textile, managementul riscului

Risk management in designing and producing invasive medical devices of venous shunt type, made of textile materials

The analysis of risk factors and risk management in designing and producing invasive medical devices (for example haemostatic biomaterials and venous shunts) made of textile materials are made in conformity with national and international law in force, taking into account the standards and norms specific to this application. For determining the policy of risk acceptability criteria, SR EN ISO 14971:2009 standard allows producers to choose from a range of options allowed by law. European directives on medical devices require that, in selecting the most appropriate solutions for the design and construction of devices, they must conform to safety principles, taking into account the progress generally accepted. In this context, risk elimination or reduction must be interpreted and applied so as to take into account the existing technology and practice during design and the technical and economic considerations compatible with a high level of health protection and safety. Risk management is a complex subject because each factor involved has a different value depending on the possibility of damage occurrence.

Key-words: invasive medical devices, haemostatic biomaterials, venous shunts, textile materials, risk management

DEFINIȚII. NOȚIUNI GENERALE

Fabricația și punerea în funcțiune a dispozitivelor medicale este reglementată prin Hotărârea de Guvern nr. 54 din 2009. Conform acestei hotărâri, un dispozitiv medical este reprezentat de orice instrument, aparat, echipament, software, material sau alt articol, utilizate separat sau în combinație, inclusiv software-ul destinat de către producătorul acestuia pentru a fi utilizat, în mod specific, pentru diagnosticare și/sau în scop terapeutic și necesar funcționării corespunzătoare a dispozitivului medical, destinat de către producător a fi folosit pentru om în scopul diagnosticării, prevenirii, monitorizării, tratamentului sau ameliorării unei afecțiuni, al diagnosticării, monitorizării, tratamentului, ameliorării sau compensării unei leziuni sau unui handicap, al investigării, înlocuirii sau modificării anatomiei sau a unui proces fiziologic, al controlului concepției, și care nu își îndepli-

nește principala acțiune pentru care a fost destinat, în organismul uman, sau acționează asupra acestuia prin mijloace farmacologice, imunologice sau metabolice, dar a cărui funcționare poate fi asistată prin astfel de mijloace.

FILOZOFIA RISCULUI

În stabilirea politicii de determinare a criteriilor de acceptabilitate a riscului, standardul SR EN ISO 14971:2009 permite producătorilor să aleagă dintr-o gamă de opțiuni permise de lege.

Directivele europene [4] privind dispozitivele medicale solicită ca, în selectarea celor mai potrivite soluții pentru proiectarea și construcția dispozitivelor, aceste soluții să fie conforme cu principiile de siguranță, ținând seama de progresele general acceptate.

În acest context, "eliminarea" sau "reducerea" riscurilor trebuie să fie interpretate și aplicate astfel încât

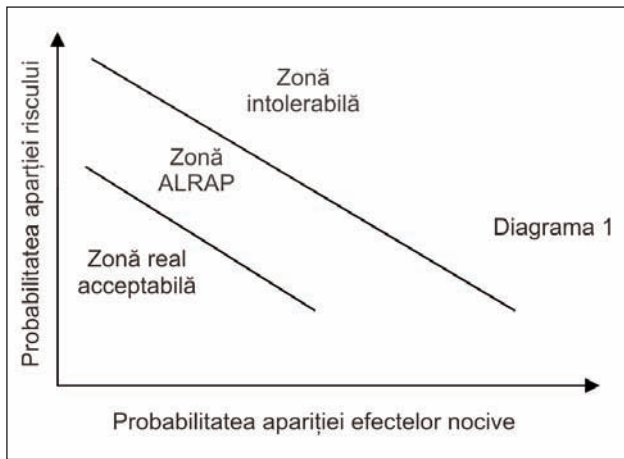


Fig. 1

să se țină cont de tehnologia și practica existente în momentul proiectării și de considerațiile tehnice și economice compatibile cu un nivel ridicat al protecției sănătății și al siguranței [1, 2, 3]. Managementul riscului este un subiect complex, deoarece fiecare factor implicat are o valoare diferită, în funcție de probabilitatea de apariție a distrugerilor.

Conceptul de risc are două componente [5, 6], și anume: probabilitatea apariției distrugerilor și consecințele apariției distrugerilor, adică gradul de severitate. Conceptele de management al riscului sunt importante în ceea ce privește dispozitivele medicale [7], din cauza varietății de factori, inclusiv a medicilor, organizațiilor care oferă asistență medicală, guvernelor, industriei, pacienților și membrilor publicului.

Toate părțile interesate [8, 9, 10] trebuie să înțeleagă că utilizarea unui dispozitiv medical implică un anumit grad de risc. Acceptabilitatea unui risc este influențată de componentele enumerate mai sus și de percepția celor implicați cu privire la acest risc (fig. 1). Decizia de a folosi un dispozitiv medical în cadrul unei proceduri clinice impune asigurarea unui echilibru între riscurile reziduale și beneficiile anticipate ale procedurii. Fiind una din părțile interesate, producătorul emite judecăți referitoare la siguranța unui dispozitiv medical, inclusiv asupra acceptabilității riscurilor, luând în considerare stadiul actual în acest domeniu, la nivel național și internațional, pentru de a determina posibilitatea introducerii pe piață, pentru utilizare, a unui dispozitiv medical.

Riscul [5] este definit ca fiind combinația dintre probabilitatea de apariție a efectelor nocive și gravitatea aceluia prejudiciu. Aceasta nu înseamnă că cei doi factori sunt multiplicați pentru a ajunge la o valoare de risc. Un mod de a descrie riscul și de a vizualiza sensul definiției ar putea fi realizat printr-o diagramă bidimensională de risc, care poate oferi o reprezentare vizuală a gravității efectelor nocive pe abscisă și a probabilității de apariție a efectelor nocive, pe ordonată.

Pentru fiecare pericol sau situație de risc estimarea gravității și probabilitatea efectelor nocive pot fi reprezentate ca un punct individual pe diagrama de risc (diagrama 1 – fig. 1).

În acest context, producătorul implementează și aplică procesul de management al riscului, care include mai multe etape (fig. 2).

Planul de gestionare a riscului

Activitățile de gestionare a riscurilor trebuie planificate. Astfel, pentru un anumit dispozitiv medical, producătorul stabilește și se documentează asupra unui plan de gestionare a riscurilor, în conformitate cu procesul de management al riscului.

Planul de gestionare a riscurilor este parte integrantă din dosarul de gestionare a riscurilor și include următoarele [5, 11]:

- domeniul de aplicare a activităților planificate privind gestionarea riscurilor, identificarea și descrierea dispozitivului medical, etapele ciclului de viață pentru fiecare element al planului;
- criteriile de acceptabilitate a riscului, pe baza politicii producătorului de determinare a riscurilor acceptabile, inclusiv criteriile pentru acceptarea riscurilor în cazul în care probabilitatea de apariție a efectelor negative nu poate fi estimată;
- activitățile de verificare.

Identificarea caracteristicilor dispozitivului medical [12–15], care ar putea afecta siguranța produsului și, implicit elaborarea planului de gestionare a riscului, se face prin evaluarea problemelor-cheie referitoare la dispozitiv, precum și a factorilor care trebuie luați în considerare (tabelul 1).

Normative care reglementează elaborarea analizei de risc pentru dispozitive medicale

Elaborarea analizei factorilor de risc și gestiunea riscului în proiectarea și fabricarea dispozitivelor medicale invazive din materiale textile se realizează conform legislației naționale și internaționale în vigoare, luând în considerare standarde și normative specifice aplicației [4 – 7, 11].

Pentru exemplificare, sunt prezentate principalele documente care stau la baza structurării analizei factorilor de risc și a gestiunii riscului la dispozitivele medicale sterile:

- HG 54/2009 privind stabilirea condițiilor introducerii pe piață a dispozitivelor medicale;
- HG 13485:2004 – Dispozitive medicale. Sisteme de management al calității. Cerințe pentru scopuri de reglementare;
- STAS 12939-91 – Articole textile de uz medical. Metode de analiză;
- STAS 10914-89 – Articole și dispozitive medicale din materiale plastice. Metode de analiză pentru evaluarea compatibilității biologice;
- SR EN 1041:2009 – Informații furnizate de producători împreună cu dispozitivele medicale;
- SR EN ISO 2060:1997 – Materiale textile. Fire pe formate. Determinarea densității de lungime (masa pe unitatea de lungime), prin metoda jurubiței;
- SR EN ISO 2062:2000 – Materiale textile. Fire pe formate. Determinarea rezistenței la rupere și a alungirii la rupere a firului individual;

ELEMENTE FUNDAMENTALE PENTRU IDENTIFICAREA CARACTERISTICILOR DISPOZITIVULUI MEDICAL CARE AR PUTEA AFECTA SIGURANȚA PRODUSULUI	
Problematica	Factorii
Destinația și modalitatea de utilizare a dispozitivului	Diagnosticarea, compensarea pentru o vătămare sau handicap, înlocuirea sau modificarea anatomiei, susținerea sau sprijinirea vieții etc.
Produsul este implantabil	Locul de implantare, caracteristicile pacienților (vârstă, greutate, activitatea fizică), efectul de îmbătrânire asupra performanțelor implantului, durata de viață preconizată a implantului, reversibilitatea implantării
Produsul este în contact cu pacientul sau alte persoane	Natura contactului (invaziv, de suprafață etc.), durata și frecvența contactului
Materialele și componentele dispozitivului	Compatibilitatea cu substanțele relevante; Compatibilitatea cu țesuturile sau fluidele corpului; Natura materiei prime
Transferul energetic	Tipul de energie transferată; Calitatea, cantitatea, intensitatea și durata; Nivelul energetic
Sterilitatea dispozitivului	Produsul este resterilizabil sau de unică utilizare; Perioada de valabilitate a sterilității; Numărul ciclurilor de reutilizare; Metoda de sterilizare
Curățarea și dezinfectarea produsului de către utilizator	Agenții de curățare sau dezinfectare; Numărul de cicluri de curățare; Eficiența procesului; Efectul agenților de curățare asupra siguranței sau performanțelor
Modificarea mediului pacientului	Temperatura, umiditatea, compoziția gazului atmosferic, presiunea, lumina
Utilizarea produsului în combinație cu alte dispozitive, medicamente sau alte tehnologii	Identificarea produselor cu care se pot combina dispozitivele; Respectarea procedurii terapeutice
Sensibilitatea la influențele de mediu	Mediile operaționale – de transport și depozitare (lumină, vibrații, scurgeri și interferențe electromagnetice)
Influența asupra mediului	Efectele asupra livrărilor de energie și de răcire; Emisiile de materiale toxice; Generarea de perturbații electromagnetice
Necesitatea asocierii produsului cu consumabile sau alte accesorii	Specificațiile privind consumabilele și accesoriiile; Restricțiile asupra utilizatorilor
Necesitatea întreținerii sau a calibrării	Necesitatea efectuării întreținerii sau a calibrării de către operator, utilizator sau specialist; Necesitatea utilizării de substanțe și echipamente speciale
Durata de viață restricționată a dispozitivului	Etichetarea sau utilizarea de indicatori specifici
Existența unor efecte întârziate sau pe termen lung	Efectele cumulative și ergonomice
Utilizarea în siguranță a dispozitivului	Necesitatea instruirii și recertificării personalului
Stabilirea și/sau introducerea de noi procese de fabricație	Noi tehnologii sau un nou barem de producție
Utilizarea produsului de către persoane cu nevoi speciale	Utilizatorul, abilitățile mentale și fizice, calificarea și forma profesională, aspectele ergonomice, mediul de utilizare, cerințele de instalare, capacitatea pacientului de a controla sau influența utilizarea dispozitivului medical
Dependența dispozitivului de performanța inițială	Caracteristicile producției

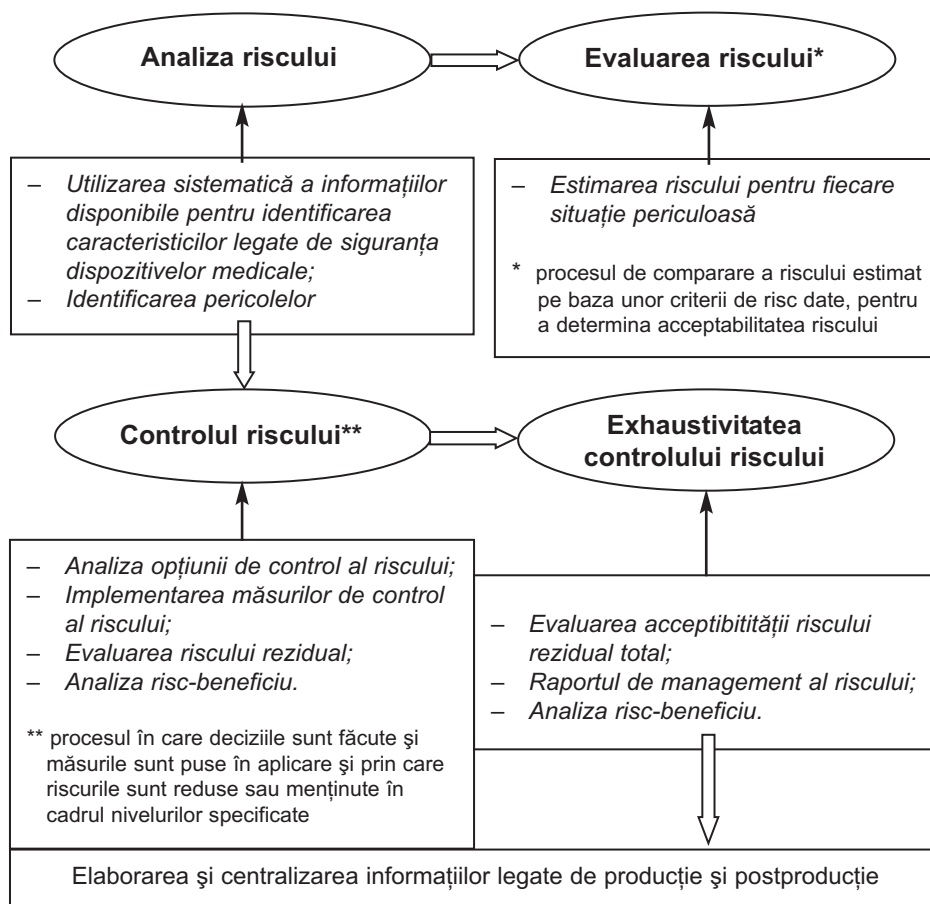


Fig. 2. Reprezentarea schematică a procesului de management al riscului

- SR 13152-93 – Fire textile. Determinarea diame- trului aparent;
- SR EN ISO 13934-1:2002 – Materiale textile. Pro- prietăți de tracțiune ale țesăturilor. Partea 1: De- terminarea forței maxime și a alungirii la forța maximă, prin metoda pe bandă;
- SR EN 1773:2002 – Materiale textile. Țesături. Măsurarea lățimii bucaților;
- SR 6142:2007 – Țesături. Determinarea masei pe unitatea de suprafață și pe unitatea de lungime;
- SR ISO 1833-1:2007 – Materiale textile. Analiza chimică cantitativă. Partea 1: Principii generale de încercare;
- SR ISO 1833-2:2007 – Materiale textile. Analiza chimică cantitativă. Partea a 2-a: Amestecuri ternare de fibre;
- SR ISO 1833 + A1:1995 – Materiale textile. Ames- tecuri binare de fibre. Analiza chimică cantitativă;
- SR EN 60721-3-1:2004 – Clasificarea condițiilor de mediu. Partea a 3-a: Clasificarea grupelor de agenți de mediu și a gradelor de severitate a acestora. Secțiunea 1: Depozitare;
- SR EN 60721-3-2:2004 – Clasificarea condițiilor de mediu. Partea a 3-a: Clasificarea grupelor de agenți de mediu și a gradelor de severitate a acestora. Secțiunea 2: Transport;
- SR EN ISO 10993-1:2003 – Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 1: Evaluare și testare;
- SR EN ISO 10993-3:2003 – Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea a 3-a: Teste pentru genotoxicitate, carcinogenitate și toxicitate asupra funcției de reproducere;
- SR EN ISO 10993-5:2003 – Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea a 5-a: Teste pentru citotoxicitate în vitro;
- SR EN ISO 10993-9:2003 – Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea a 9-a: Cadru pentru identificarea și cuantificarea produșilor potențiali de degradare;
- SR EN ISO 10993-10:2003 – Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea a 10-a: Teste de iritare și de hipersensibilitate cu efect retard;
- SR EN ISO 11607-1:2006 – Ambalaje pentru dis- pozitivate medicale sterilizate în etapa finală. Partea 1: Cerințe pentru materiale, sisteme de bariere sterile și sisteme de ambalare;
- SR EN 980: 2008 – Simboluri grafice utilizate pen- tru etichetarea dispozitivelor medicale;
- SR EN ISO/CEI 17050-1:2005 – Evaluarea con- formității. Declarația de conformitate dată de furnizor. Partea 1: Cerințe generale;

- SR EN ISO14971:2007 – Dispozitive medicale. Aplicarea managementului de risc la dispozitivele medicale;
- SR EN ISO 105-J03:2001 – Materiale textile. Încercări de rezistență a vopsirilor. Partea J03: Calculul diferențelor de culoare;
- European Pharmacopoeia 4.6;
- United States Pharmacopoeia;
- SR EN ISO 11137-1:2006 – Sterilizarea dispozitivelor medicale. Partea 1: Cerințe pentru implementare, validare și control de rutină pentru procesul de sterilizare a dispozitivelor medicale;
- SR EN ISO 11137-2:2007 – Sterilizarea dispozitivelor medicale. Iradierea. Partea a 2-a: Stabilirea dozei de sterilizare;
- SR EN 556-1:2003 – Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitive medicale etichetate "steril". Partea 1: Cerințe pentru dispozitive medicale sterilizate în faza finală;
- SR EN 556-1:2003/AC:2007 – Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitive medicale etichetate "steril". Partea 1: Cerințe pentru dispozitive medicale sterilizate în faza finală;
- SR EN 556-2:2004 – Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitivele medicale etichetate STERIL. Partea a 2-a: Cerințe pentru dispozitivele medicale procesate aseptice.

STUDIU DE CAZ. DISPOZITIV MEDICAL INVAZIV DE TIP SHUNT-VENOS, DIN MATERIAL TEXTIL

Analiza de risc a fost realizată pentru un dispozitiv medical invaziv de tip shunt-venos, utilizat în sistemul sanguin, pentru înlocuirea parțială a unui segment din sistemul circulator, afectat de o boală cardiovasculară, un pansament elastic cu diametrul de 30 mm la bază și 15 mm la ramificații, fabricat din fire cu densitatea de lungime de 76 den/f 24 x 1/350 Z – în sistemul de urzeală și 167 den/f 32 x 1 – în sistemul de bătătură. Shunt-ul venos se utilizează în operațiile de by-pass și pentru înlocuirea parțială a unor porțiuni de vase de sânge naturale, afectate de o boală cardiovasculară, prin implantare directă în corpul pacientului. Cele mai uzuale intervenții chirurgicale sunt reprezentate de: by-pass aortobifemural, aortofemural, iliofemural, femuropopitelial, axilofemural, femuroaxilar, femurocarotidian, subclavioaxilar, renal, stenoză aortoiliacă, anevrism sau boli ocluzive ale aortei abdominale, proceduri extraanatomice.

Shunt-ul venos este un dispozitiv medical invaziv, utilizat pe termen lung (perioada de utilizare este mai mare de 30 de zile), încadrându-se, conform regulii nr. 4, din anexa nr. 9 la HG 54/2009 (care transpune prevederile Directivei 93/42/CEE, din 14 iunie 1993, privind dispozitivele medicale, cu modificările ulterioare), în **clasa a III-a de risc**, care reprezintă cea mai restrictivă categorie de articole medicale.

Shunt-ul venos [7] nu are funcție de măsurare, nu emite radiații ionizante, nu este conectat la o sursă de energie sau echipat cu o sursă de energie, nu este destinat utilizării prin expunere la substanțe

inflamabile sau la substanțe care întrețin arderea, nu produce solicitări mecanice (forțe, mișcări neintenționate, vibrații, nu necesită software dedicat sau operațiuni suplimentare de întreținere/calibrare.

Shunt-ul venos se încadrează în categoria dispozitivelor medicale sterile la livrare, urmând a fi fabricat în condiții de mediu controlat și ambalat în pachete de unică folosință, astfel încât să se asigure sterilitatea acestuia în momentul introducerii pe piață, pe durata depozitării și transportului, în condițiile specificate de producător, precum și păstrarea sterilității până la deteriorarea sau deschiderea ambalajului protector în sala de operație.

La proiectarea fazelor tehnologice de ambalare și etichetare, s-a ținut cont de cerința esențială conform căreia: *"ambalajul și eticheta dispozitivului trebuie să permită distincția între produse identice sau similare puse în circulație, în formă sterilă"*.

Având în vedere faptul că produsul este de unică folosință, acesta nu necesită condiții speciale de întreținere. Produsul a fost proiectat astfel încât să asigure un termen de valabilitate este de 2 ani de la data sterilizării prin tratamente cu radiații ionizante.

Utilizarea clinică a produsului se va realiza de către un personal medical specializat, bun cunoscător al caracteristicilor specifice acestei categorii de dispozitive medicale, precum și al modalităților de a reduce la minimum riscurile preoperatorii, intraoperatorii și postoperatorii.

Proiectarea instrucțiunilor de utilizare a ținut cont de faptul că acestea trebuie să fie simplu de urmat de către medicul specialist, astfel încât problemele care ar putea apărea să fie asociate în mod strict cu utilizarea unor ace de suturare necorespunzătoare din punct de vedere dimensional, care să producă spărturi în structura materialului protezei, asociate cu țâșnirea sângelui.

În etapa de proiectare de produs/tehnologie și, implicit în faza de identificare a riscului, au fost evaluate pericolele potențiale, efectele și probabilitățile acestora, pentru a decide care dintre riscuri trebuie prevenite. Au fost eliminate riscurile neconcordante, adică acele elemente de risc cu probabilitate sau cu un efect nesemnificativ.

Identificarea riscurilor este o activitate cu caracter permanent, care analizează probabilitatea apariției acestora pe baza analizei factorilor interni și externi, respectiv: riscurile interne sunt riscuri pe care echipa managerială și de specialiști le pot influența, în timp ce riscurile externe nu se află sub controlul acestora.

Riscuri interne

Riscul intern în fabricația shunt-ului venos se referă numai la probabilitatea de a nu respecta obiectivul de performanță (nerealizarea standardelor de calitate). Proiectarea shunt-ului venos a fost realizată astfel încât, în condițiile utilizării în scopul prevăzut, produsul să fie ușor de manipulat de către clinician și personalul din blocul operator, să poată fi utilizat în operațiile de by-pass și de înlocuire parțială a vaselor de sânge naturale afectate de o boală cardiovasculară, prin implantare directă în corpul pacientului.

De asemenea, proiectarea produsului s-a efectuat astfel încât să se asigure atât corespondența cu diametrul vasului de sânge natural ce trebuie înlocuit, cât și elasticitatea și flexibilitatea longitudinală și transversală a produsului natural, respectându-se cerințele impuse în European Pharmacopoeia.

Materia primă folosită la realizarea acestui dispozitiv medical este utilizată frecvent în practica chirurgicală, în literatura medicală existând numeroase studii care atestă calitățile sale. Poliesterul este un material recunoscut pentru biocompatibilitatea sa, având o largă întrebuințare la fabricarea unei game variate de dispozitive medicale implantabile. În acest context, efectele secundare sau adverse induse de utilizarea shunt-ului venos sunt rare, fiind date de limitele tehnicii chirurgicale și/sau de particularitățile intervenției chirurgicale. *Din aceste motive, se poate considera că raportul risc/beneficii este net în favoarea utilizării acestui material, dispozitivul putând fi încadrat în zona general acceptabilă de risc.*

În etapa de dezvoltare a lotului de testare, s-a urmărit ca riscurile legate de biocompatibilitate și toxicitate să fie eliminate prin folosirea de materiale ce se încadrează în normele prevăzute, certificate prin buletine de încercări realizate conform SR EN ISO 10993 pe produse finite, astfel încât produsul finit să nu genereze toxicitate, alergii sau alte efecte secundare. Aceste observații vor reprezenta rezultatul unor studii de durată, efectuate de colective de cercetare specializate. Poliesterul nu se încadrează în categoria materialelor biodegradabile, acest risc fiind exclus.

Lista de control care cuprinde sursele potențiale de risc intern s-a realizat pentru fiecare fază a procesului tehnologic de fabricație a produsului, iar soluțiile identificate pentru eliminarea acestora sunt prezentate centralizat în tabelul 2.

Prin gradul ridicat de finisare a shunt-ului venos, se asigură textura suprafețelor interne și externe asemănătoare cu cea a vasului de sânge natural și integrarea dispozitivului medical în țesuturile gazdă. Durata de întrebuințare a produsului este de minimum 30 de zile.

Solicitările mecanice la întinderi repetate, rezistența la oboseală pe direcție longitudinală și transversală, la care este supus shunt-ul, se încadrează în limitele fiziologice date de parametrii hemodinamici specifici sistemului cardiovascular. Pot să apară și unele sarcini suplimentare, ca urmare a unor tensiuni tisulare locale, dar acestea nu pot depăși limita de rezistență a structurii din componența produsului.

Pentru eliminarea tuturor riscurilor interne, la proiectarea și realizarea lotului de testare s-au previzionat următoarele aspecte, care vizează dezvoltarea produsului în procesul de fabricație:

- asigurarea unui control riguros al calității materialelor utilizate în procesul de producție;
- respectarea cu strictețe a tuturor fazelor procesului tehnologic;
- efectuarea de verificări și încercări de laborator interfazice;

- realizarea unui control permanent al condițiilor de ambalare, etichetare și depozitare a produselor finite;
- verificarea prin încercări și analize de laborator a produselor finite, conform prevederilor din specificațiile tehnice.

Aspectele legate de utilizarea propriu-zisă a shunt-ului venos urmează să intre în competența echipelor de chirurși, între aceștia și producător existând o comunicare permanentă. Pe baza acestor observații, producătorul poate remedia eventualele deficiențe ale produselor. În urma analizei tuturor factorilor menționați și în conformitate cu HG 54/2009 privind stabilirea condițiilor introducerii pe piață a dispozitivelor medicale, producătorul, adică Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Textile și Pielărie, va asigura realizarea și utilizarea clinică a produsului "shunt venos" în condiții minime de risc, atât pentru pacienți, cât și pentru personalul medical.

Riscuri externe

Lista de control care cuprinde sursele potențiale de risc extern, asociate utilizării produsului și soluțiile identificate pentru eliminarea acestora sunt prezentate sintetic în tabelul 3.

O atenție deosebită a fost acordată proiectării produsului, astfel încât să se elimine neconformitățile cauzate de realizarea necorespunzătoare a structurii țesute și, implicit, a marginii din dreapta, reflectată în: diametrul produsului necorelat cu cel al vasului de sânge natural, rezistența scăzută la tracțiune, alungirea mare la rupere, desimea necorespunzătoare atât în urzeală, cât și în bătătură, rărituri, desituri, spărturi în marginea dreaptă. Riscurile externe, asociate utilizării clinice a unor astfel de produse sunt: țâșnirea sângelui prin pereți, apariția unor trombi, lipsa stabilității pe lungimi mari și colapsul produsului implantat. Conform datelor de proiectare, shunt-ul trebuie să posede caracteristici fizico-mecanice conforme cu datele prezentate în tabelul 4. Verificarea încadrării acestora în limitele de admisibilitate se realizează conform metodelor stipulate în SR EN ISO 2062: 2000 și European Pharmacopoeia.

În concluzie, produsele proiectate necorespunzător, care în urma fabricării și realizării verificărilor de tip sau/și de lot nu se încadrează în aceste valori, vor fi respinse, eliminându-se astfel posibilitatea lansării pe piață și, implicit, a utilizării unor produse neconforme din punct de vedere al caracteristicilor fizico-mecanice.

Eliminarea riscului de apariție a infecțiilor post-operatorii se realizează prin sterilizarea produselor cu ajutorul iradierii gama Co-60. Validarea sterilizării cu radiații ionizante pentru acest dispozitiv medical se efectuează conform procedurii PL-IRD-500 "Procedură pentru validarea sterilizării cu radiații ionizante", care implică atât stabilirea valorii limitelor de doze, între care poate fi iradiat produsul, pentru a deveni steril, cât și validarea tratamentului cu radiații, pentru a demonstra că iradierea a fost efectuată în limitele dozelor stabilite.

LISTA DE CONTROL AL SURSELOR POTENȚIALE DE RISC INTERN ȘI SOLUȚII DE ELIMINARE A ACESTORA				
Denumirea fazei tehnologice	Tipul de risc			Soluții pentru eliminarea riscurilor
	Major	Sem-nificativ	Nesemnificativ	
Condiționarea firelor	-	-	-	-
Prelucrarea mecano-textilă	-	-	-	-
Urzirea/depunerea firelor pe sulul de alimentare	-	-	Dispozitivele de ghidare - frânare - tensionare, conducătorii de fir și cilindrul de presare să prezinte asperități, fisuri, rugină sau canale de uzură, cu impact negativ asupra calității structurii țesute	Verificarea dispozitivelor de ghidare - tensionare - frânare - presare, anterior utilizării, și a caracteristicilor fizico-mecanice ale firelor supuse prelucrării
Năvădirea/ tragerea în spată	-	-	Dispozitivele de ghidare - frânare - tensionare, conducătorii de fir și cilindrul de presare să prezinte asperități, fisuri, rugină sau canale de uzură, cu impact negativ asupra calității structurii țesute (caracteristici fizico-mecanice și fizico-chimice); Formatele de depunere a structurii împletite să prezinte lovituri, zgârieturi sau flanșe sparte	Verificarea dispozitivelor și a formatelor de depunere a structurii țesute și înlocuirea acestora, dacă este cazul; Calitatea materialelor supuse prelucrării se verifică prin analize fizico-mecanice, respingându-se produsele necorespunzătoare
Țeserea	-	-	Dispozitivele de ghidare - frânare - tensionare pentru firul de băătură să prezinte asperități, fisuri, rugină sau canale de uzură, cu impact negativ asupra calității structurii țesute; Dispozitivul de formare a marginii din dreapta să prezinte asperități, rugină sau canale de uzură, cu impact negativ asupra calității structurii țesute	Verificarea dispozitivelor de ghidare - tensionare - frânare - presare, anterior utilizării, și a caracteristicilor fizico-mecanice ale firelor supuse prelucrării; Verificarea dispozitivului de formare a marginii din dreapta, astfel încât să nu existe spărturi, rărituri sau o formare necorespunzătoare a acesteia
Operațiile de finisare	-	-	-	-
Extragerea de oligomeri/ spălarea/ degresarea/ clătirea/ uscarea/ gofrarea/ termofixarea	-	-	Nerespectarea rețetelor tehnologice, a condițiilor de operare sau nefuncționarea corespunzătoare a aparatelor	Verificarea caracteristicilor fizico-chimice pe extract apos și a celor fizico-mecanice și respingerea loturilor care nu corespund; Verificări periodice ale utilajelor de pe fluxul tehnologic de fabricație; Instruirea periodică a personalului
Ambalarea	-	-	Lipirea necorespunzătoare a capetelor ambalajului care conține produsul; Deteriorarea ambalajului la introducerea produsului	Verificarea vizuală și reambalarea produselor
Sterilizarea	-	-	Deteriorarea ambalajului în timpul transportului și depozitării la unitatea care realizează tratamentele cu radiații ionizante	Respectarea condițiilor impuse de standardele de transport și depozitare; Externalizarea operației de sterilizare la o unitate care are implementat și acreditat sistemul de asigurare a calității și care să dovedească conformitatea cu standardele specifice, în funcție de tipul de sterilizare practicat; Asigurarea obținerii unui SAL de 10^{-6} prin analize microbiologice realizate de un laborator acreditat

LISTA DE CONTROL AL SURSELOR POTENȚIALE DE RISC EXTERN ȘI SOLUȚII DE ELIMINARE A ACESTORA				
Denumirea riscului	Gradul de risc			Soluții pentru eliminarea riscurilor
	Major	Semnificativ	Nesemnificativ	
Dezvoltarea iritabilității	-	Dezvoltarea de edem, eritem și escare la nivelul tegumentului	-	Efectuarea de analize biologice, evaluarea rezultatelor obținute conform SR EN ISO 10993-10:2004 și eliminarea produselor care determină dezvoltarea de edem, eritem și escare la nivelul tegumentului
Dezvoltarea unui potențial sensibilizant	-	Dezvoltarea de reacții tegumentare locale sau regionale, care să indice o reacție de tip sensibilizant	-	Efectuarea de analize biologice, evaluarea rezultatelor obținute conform SR EN ISO 10993-10:2004 și eliminarea produselor care determină dezvoltarea de reacții tegumentare locale sau regionale, care să indice o reacție de tip sensibilizant
Apariția unor reacții de mutagenitate	-	Creșterea frecvenței eritrocitelor policromatofile cu micronuclei ca un indiciu al unor leziuni cromozomale induse de produs	-	Efectuarea de analize biologice, evaluarea rezultatelor obținute conform SR EN ISO 10993-3:2004 și eliminarea produselor care determină creșterea frecvenței eritrocitelor policromatofile cu micronuclei, ca un indiciu al unor leziuni cromozomale induse de aceste produse
Apariția reacțiilor citotoxice	-	Variații neomogene ale gradului de aderare și proliferare celulară	-	Efectuarea de analize biologice, evaluarea rezultatelor obținute conform SR EN ISO 10993-5:2004 și eliminarea produselor care determină apariția variațiilor neomogene ale gradului de aderare și proliferare celulară
Lipsa toleranței la implant/ respingerea produsului	-	Apariția reacțiilor patologice locale	-	Efectuarea de analize biologice, evaluarea rezultatelor obținute conform SR EN ISO 10993-1:2004 și eliminarea produselor care determină apariția reacțiilor patologice locale
Dezvoltarea de reacții toxicologice	-	Apariția reacțiilor toxice	-	Efectuarea de analize fizico-chimice pe extract apos și eliminarea produselor care nu se încadrează în limitele prevăzute în specificațiile tehnice
Hemocompatibilitate	-	Apariția unor modificări ale compoziției sângelui	-	Efectuarea de analize biologice, evaluarea rezultatelor obținute conform SR EN ISO 10993-1:2004 și eliminarea produselor care determină apariția modificărilor sanguine
Realizarea necorespunzătoare a structurii gofrate	-	Apariția unor neuniformități de suprafață	-	Efectuarea de analize fizico-chimice pe extract apos și eliminarea produselor care nu se încadrează în limitele prevăzute în specificațiile tehnice
Apariția infecțiilor	-	Apariția unor infecții	-	Fabricarea produsului în condiții de mediu controlat; Efectuarea controlului anaeromicroflorei, anterior sterilizării produsului și eliminarea produselor care nu asigură o încărcătură mai mică de 1000 u.f.c.; Controlul sterilității și eliminarea produselor nesterile

Determinarea dozei maxime acceptabile. Materialul care intră în componența produsului, respectiv poliesterul (polietilentereftalatul), este deosebit de rezistent la radiații ionizante. De exemplu, conform Engineering Reference.com, se specifică pentru poli-

esteri o stabilitate bună la radiații, putând fi utilizați la sterilizări multiple, întrucât doza care produce degradări semnificative este de 100 Mrad (1 000 kGy). Având în vedere informațiile din literatura de specialitate se poate concluziona că produsul shunt venos poate fi

CARACTERISTICI FIZICO-MECANICE IMPUSE PROTEZEI SHUNT-ULUI VENOS				
Caracteristica	Valorile admise	Metodele de testare a caracteristicilor	Tipul de verificare	
			Tipul	Lotul
Sarcina de rupere bază/ramificații	min. 600 N/min. 300 N	SR EN ISO 13934-1:2002	T	L
Coeficientul de variație bază/ramificații	max.15%/max. 15%	SR EN ISO 13934-1:2002	T	L
Alungirea la rupere bază/ ramificații	max. 55%/max. 70%	SR EN ISO 13934-1:2002	T	L
Coeficientul de variație bază/ramificații	max. 15%/max. 15%	SR EN ISO 13934-1:2002	T	L
Diametrul produsului bază/ramificații	[100; 250] mm / [70; 150] mm	SR EN 1773/2002	T	L
Grosimea	max. 2,5 mm	SR EN ISO 5084 / 2001	T	L

iradiat cu radiații gamma mult mai mari de 25 kGy, fără a se produce modificări semnificative ale calității acestuia.

Determinarea dozei de sterilizare. Pentru determinarea dozei de sterilizare, producătorul analizează Metoda VD_{max}^{25} din SR ISO 11137:2006, conform căreia doza de sterilizare de 25 kGy este adecvată pentru acest produs, adică asigură un nivel al sterilității produsului (SAL) de 10^{-6} . Pentru stabilirea dozei de sterilizare a produsului aplicând metoda VD_{max}^{25} , este urmat protocolul de lucru "Protocol pentru validarea dozei de sterilizare de 25 kGy – radiații gamma Co-60 – conform ISO 11137:2006". Pentru eliminarea riscurilor se realizează următoarele teste: testarea eficienței preluării prin spălare, testarea bacteriostazei-fungistazei, determinarea încărcăturii microbiene medii a lotului de produse, experimentul dozei de verificare.

Pe baza examinării vizuale a unei unități de produs și a testării numărului de germeni anaerobi pe unitatea de produs, Laboratorul de Microbiologie evaluează produsul și elaborează protocelele de testare microbiologică a acestuia.

Dozimetrul determină încărcătura microbiană medie, conform procedurii pentru validarea sterilizării PL-IRD-500.

Laboratorul de microbiologie elaborează protocolul de testare a sterilității, cod PL-IRD-332.001, pe baza evaluării produsului și a Raportului de validare a bacteriostazei-fungistazei, conform procedurii de testare a sterilității, cod PL-IRD-332 și conform SR EN ISO 11737-2:2006.

Validarea tratamentului cu radiații – Calificarea instalației de iradiere. Tratamentul cu radiații ionizante se efectuează la iradiatorul tip SVST Co-60/B din cadrul Centrului de iradiere tehnologice IRASM. Validarea se face în condițiile stipulate de următoarele standarde din seria SR EN ISO 11137:

- SR EN ISO 11137-1 : 2006 - Sterilizarea dispozitivelor medicale. Iradierea. Partea 1: Cerințe pentru implementarea, validarea și controlul de rutină al procesului de sterilizare a dispozitivelor medicale;
- SR EN ISO 11137-2 : 2006 – Sterilizarea dispozitivelor medicale. Iradierea. Partea a 2-a: Stabilirea dozei de sterilizare;
- SR EN ISO 11137-3 : 2006 – Sterilizarea dispozitivelor medicale. Iradierea. Partea a 3-a: Linii directoare referitoare la aspectele dozimetrice.

În acest fel, nu există riscul ca produsele să fie ne-sterile, iar în urma utilizării clinice și pe perioada de evoluție postoperatorie nu există riscul dezvoltării de infecții.

CONCLUZII

Fabricarea și punerea în funcțiune a dispozitivelor medicale este reglementată prin Hotărârea de Guvern nr. 54 din 2009.

Decizia de a folosi un dispozitiv medical în cadrul unei proceduri clinice impune asigurarea unui echilibru între riscurile reziduale și beneficiile anticipate ale procedurii. Fiind una dintre părțile interesate, producătorul emite judecăți referitoare la siguranța unui dispozitiv medical, inclusiv asupra acceptabilității riscurilor, luând în considerare stadiul actual pe plan național și internațional din domeniu, în scopul de a determina dacă un dispozitiv medical poate fi introdus pe piață pentru utilizare.

Identificarea caracteristicilor dispozitivului medical care ar putea afecta siguranța produsului și, implicit, elaborarea planului de gestionare a riscului se face prin evaluarea unor probleme-cheie referitoare la dispozitiv, precum și a factorilor care trebuie luați în considerare. Soluțiile elaborate pentru proiectarea și realizarea produsului „Pansament elastic” asigură, conform HG 54/2009, eliminarea riscurilor interne și externe de orice natură asociate utilizării sale, respectiv: produsul a fost proiectat și realizat astfel încât, în condițiile de folosire în scopul prevăzut, să nu compromită

sănătatea sau siguranța pacienților, siguranța și sănătatea celor care le utilizează sau, acolo unde este cazul, a altor persoane. Riscul asociat folosirii dispozitivului este în limite acceptabile în raport cu beneficiul pacientului, acesta fiind compatibil, cu un nivel ridicat de siguranță și de protecție a sănătății – conform buletinelor de analize și a rapoartelor de încercare biologică, fizico-mecanică, fizico-chimică, validarea sterilității, controlul încărcăturii aeromicroflorei, clinice etc.

Soluțiile adoptate de către Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Textile și Pielărie sunt în conformitate cu principiile de siguranță, ținând seama de nivelul actual de dezvoltare a tehnologiei în domeniu. În acest sens, au fost selectate cele mai potrivite soluții, prin eliminarea și/sau reducerea cât mai

mult posibil a riscurilor, printr-o proiectare și construcție sigură.

Produsul a fost proiectat și fabricat astfel încât să garanteze caracteristicile și performanțele cuprinse în HG 54/2009 – Partea I. "Cerințe generale". O atenție specială a fost acordată alegerii materialelor folosite – în special în ceea ce privește toxicitatea, compatibilității dintre materialele folosite și țesuturile biologice, celulele și fluidele corpului, ținându-se seama de scopul propus al dispozitivului, concepției tehnologiei de fabricare a produsului astfel încât să se elimine sau să se reducă cât mai mult posibil riscul de infecție a pacientului, utilizatorului și terțelor persoane, materialului de ambalare utilizat astfel încât să se asigure protejarea produsului de deteriorări, păstrându-se nivelul de curățenie prevăzut.

BIBLIOGRAPHY

- [1] Sonoda, H. et al. In: Journal of Biomedical Material Research, 2001, vol. 55
- [2] Doi, K., Matsuda, T. In: Journal of Biomedical Material Research, 1997, vol. 37
- [3] Chen, J. H., Laiw, R. F. et al. In: Journal of Biomedical Material Research (Applied Biomaterials), 1999
- [4] Farmacopeea Română, ediția a X-a – Supliment 2006. Editura Medicală, 2006
- [5] SR EN ISO14971:2007 – *Dispozitive medicale. Aplicarea managementului de risc la dispozitivele medicale*
- [6] SR EN ISO / CEI 17050 -1:2005 – *Evaluarea conformității. Declarația de conformitate dată de furnizor. Partea 1 – Cerințe generale*
- [7] HG 54/2009 privind stabilirea condițiilor introducerii pe piață a dispozitivelor medicale
- [8] Ene, A. ș.a. *Proiect CEEX-MATNANTECH – Dispozitive medicale invazive și neinvazive din materiale textile high-tech, 2005-2008*
- [9] Bunea, D. *Materiale biocompatibile*. Editura BREN, București, 1998
- [10] Buletin informativ – Agenția Națională a Medicamentului, 2007, An 9, nr. 3, trim. III
- [11] HG 13485:2004 – *Dispozitive medicale. Sisteme de management al calității. Cerințe pentru scopuri de reglementare*
- [12] Dumitrașcu, N. *Biomateriale și biocompatibilitate*. Editura Universității "Al. I. Cuza", Iași, 2007
- [13] Ponta, C. C. *Asigurarea calității în sterilizarea dispozitivelor medicale. Partea I - Sisteme de management SM*. ISSN 1583-3429, 2003, vol. 4
- [14] Ponta, C. C. *Asigurarea calității în sterilizarea dispozitivelor medicale. Partea a II-a - Sisteme de management SM*. ISSN 1583-3429, 2004, vol. 2, p. 25
- [15] Ponta, C., C., Moise, I. V. *Tratamente prin iradiere și buna practică de fabricație (GMP) a mărfurilor de uz medical și alimentar*. Editura Horia Hulubei, București, 2001, ISBN 973-0-02456-1
- [16] In: *Chemiefasern Textilindustrie*, Oct. 1992, issue 10
- [17] Ene, A., Mihai, C. *Noi generații de biomateriale cu structuri textile*. In: *Industria Textilă*, 2002, vol. 53, nr. 1, p. 20, ISSN 1222 – 5347

Autori:

Cerc. șt. gr. III dr. ing. ALEXANDRA ENE

Cerc. șt. gr. II dr. ing. CARMEN MIHAI

Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Textile și Pielărie
Str. Lucrețiu Pătrășcanu nr. 16, 030508 București
e-mail: certex@ns.certex.ro

Asist. univ. dr. OVIDIU BURLACU

Universitatea de Medicină și Farmacie «Victor Babeș»
Piața Eftimie Murgu nr. 2, 300041 Timișoara
e-mail: burlacuovidu@gmail.com

Dr. RADU S. ZGARBURĂ

Spitalul Județean Ilfov
Bd. Basarabia nr. 49-51, București,
e-mail: sgaradu@got.mail

THE ANALYSIS OF THE PARAMETERS THAT INFLUENCE THE SEAM STRENGTH

DANIELA BARBULOV - POPOV
NENAD ĆIRKOVIĆ

JOVAN STEPANOVIĆ
MIRJANA RELJIĆ

REZUMAT – ABSTRACT

Analiza parametrilor care influențează rezistența cusăturilor

Lucrarea prezintă influența tipului aței de cusut și a desimii pașilor cusăturii asupra rezistenței acesteia. Forța de rupere și alungirea la rupere au fost determinate printr-o metoda standardizată (SRPS 2062/2002) și prin metoda pe bandă, conform SRPS EN ISO 13934-1/2008. Epruvetele de țesătură utilizate pentru determinarea rezistenței cusăturilor au fost realizate atât printr-o cusătură tip 1.01.01 (conform ISO 4916/1985, cât și prin tipul de cusătură 301 (conform ISO 4915/1981), având o desime a pașilor de cusătură de 3, 4 și 5 cm^{-1} . Cea mai mare rezistență a cusăturii s-a observat la epruvetele de țesătură T_7 , cu linia de coasere pe direcția bătăturii și desimea pasului de 5 cm^{-1} , coaserea fiind realizată cu ață de cusut din poliester, cu densitatea de lungime de 20 x 2 tex (forța de rupere relativă a cusăturii 130.9 Ncm^{-1}). Cea mai mică rezistență a cusăturii s-a observat la epruvetele de țesătură T_2 , cu linia de coasere pe direcția urzelii și desimea pasului de 3 cm^{-1} , coaserea fiind realizată cu ață de cusut din bumbac, având densitatea de lungime de 8.9 x 3 tex (forța de rupere relativă a cusăturii 24.9 Ncm^{-1}). În urma rezultatelor obținute, s-a constatat că desimea pasului și tipul aței de cusut au o mare influență atât asupra rezistenței cusăturii, cât și asupra celorlalte caracteristici ale acesteia.

Cuvinte-cheie: țesătură, parametri, forța de rupere a cusăturii, rezistența cusăturii

The analysis of the parameters that influence the seam strength

This paper deals with the influence of the thread type and stitch density on the seam strength. The breaking forces and elongations at break were determined by the standardized method SRPS 2062/2002 and fabric (tape method) according to SRPS EN ISO 13934-1/2008. Fabric samples used for seam testing were sewed by seam 1.01.01 (according to ISO 4916/1985) and stitch type 301 (according to ISO 4915/1981) with stitch densities 3, 4 and 5 cm^{-1} . The greatest seam strength was noticed at samples with the line of sewing in weft direction of T_7 fabric, stitch density 5 cm^{-1} , sewed by polyester thread 20 x 2 tex count (relative seam breaking force 130.9 Ncm^{-1}). The lowest seam strength was noticed at samples with the line of sewing in warp direction of T_2 fabric, stitch density 3 cm^{-1} , sewed by cotton thread 8.9 x 3 tex count (relative seam breaking force 24.9 Ncm^{-1}). According to obtained results, it can be concluded that stitch density and sewing thread type have great influence on seam strength and, therefore, on other seam characteristics.

Key-words: fabric, parameters, seam breaking force, seam strength

The seam characteristics include: strength, elasticity, durability, safety and appearance. Inconsistency of these characteristics can lead to significant differences in seam behavior and it also affects their deformation characteristics. During the process of clothes exploitation, sewed seams and materials are subjected to different loads, which are usually very variable, leading to different deformations. Seam strength should correspond to material strength in order to obtain product uniformity which will be capable to endure all forces the product is subjected to [2, 14]. During wearing, stitch bonded parts of clothing are subjected to different stresses. In order to improve seam endurance, seam elasticity should be a little stronger than material elasticity. Thus, the material would also mitigate the effect of the forces that affect clothing product during wearing. The seam elasticity depends on material that is stitch bonded, stitch type, seam type, stitch density etc. Seam dura-

bility depends on its strength and on relationship between seam and material elasticity [1, 14]. Seam safety depends mainly on sewing width, slippage of fabric wires as well as on stitch type. It is crucial to prevent its slitting and breaking during the wearing process.

DEFINING SEAM STRENGTH

One of the most important indicators of the sewed products quality is seam strength, which depends on different technical-technological parameters, such as: fabric type, type and count of the sewing thread, sewing needle count, stitch type, stitch density, seam type etc. Seam strength is usually determined experimentally by defining the force, which can be endured by it. Determining breaking force and elongation at break for sewed seam is based on force and elongation measurements at constant load. Methods used for seam strength testing are based on testing slip-

page of fabric thread or thread breaking in the seam area [15]. Seam breaking force, according to *tt*. Coats method is determined per 1 cm of seam length, i.e. by defining relative breaking force, in cross direction in relation to seam line. Relative seam braking force is calculated on the bases of average value of braking force and seam length (testing tube width) according to the expressions [1, 9]:

$$F_r = \frac{F}{b} \quad [\text{Ncm}^{-1}] \quad (1)$$

where:

F – breaking force of testing tube seam, N;
 b – testing tube width for sewed sample, cm.

As stitch density and breaking force of used thread have great influence on breaking characteristics of seams, in this paper we introduced a parameter called “seam strength factor”, which can be calculated by following equation:

$$f_k = f_p \cdot g_u \quad [\text{Ncm}^{-1}] \quad (2)$$

where:

f_k – seam strength factor, Ncm^{-1} ;
 f_p – thread breaking force, N;
 g_u – stitch density, cm^{-1} .

EXPERIMENTAL PART

Two types of fabrics were used for sample seam bonding (fig. 1), which were bonded by sewing ma-

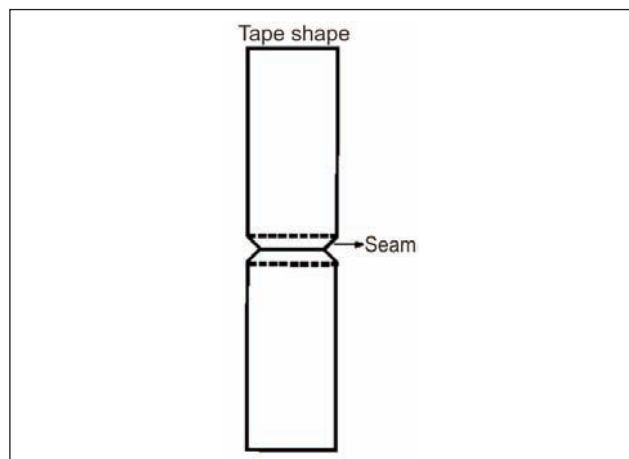


Fig. 1. The shape of seam sample used for testing breaking characteristics

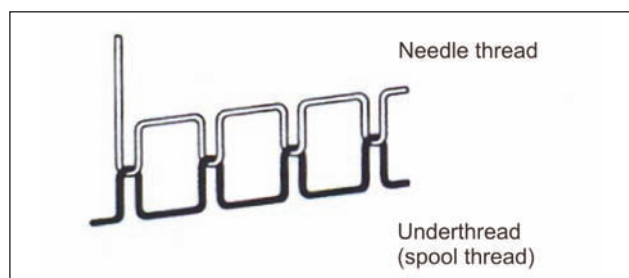


Fig. 2. Lockstich type 301

chine (PFAFF company), class 461 (sewing speed $2\,500\text{ min}^{-1}$), stitch type 301 according to ISO 4915/1981 (fig. 2) [10]. The machine is equipped with upper and lower transport, pedal and needle positioning and automatic thread cutting. Fabric samples, tape shape (two pieces), dimensions $185\text{ mm} \times 50\text{ mm}$, were sewed by the seam mark 1.01.01 according to ISO 4916/1985 (fig. 3) [11], at the distance of 10 mm from the edge, with the needle 90 (normal needle point), and stitch density 3 cm^{-1} , 4 cm^{-1} and 5 cm^{-1} . Breaking characteristics of threads were tested on dynamometer USTER TENSORAPID 4, according to standardized method SRPS 2062/2002 [12], while breaking characteristics of fabrics were tested on dynamometer ZWICK, according to SRPS EN ISO 13934-1/2008 [13].

RESULTS AND DISCUSSIONS

Table 1 presents basic fabric characteristics that were used for making seam samples, while table 2 presents the characteristics of the sewing threads used. This graph shows results of testing breaking forces for seams according to the table 3, which are shown in figure 4.

Table 1

BASIC CHARACTERISTICS OF FABRICS USED FOR MAKING SEAM SAMPLES		
Fabric characteristics	T_2	T_7
Weave	Five wired sateen weave	Five wired sateen weave
Raw material content	50/50% Pes/cotton	50/50% Pes/cotton
Surface mass, gm^{-2}	280	315
Warp yarn count, tex	25 x 2	25 x 2
Weft yarn count, tex	25 x 2	25 x 2
Warp density, cm^{-1}	30	37
Weft density, cm^{-1}	22	26
Breaking force in warp direction, N	1 672	1 727
Breaking force in weft direction, N	1 305	1 298
Elongation at break in warp direction, %	19	19
Elongation at break in weft direction, %	15	15

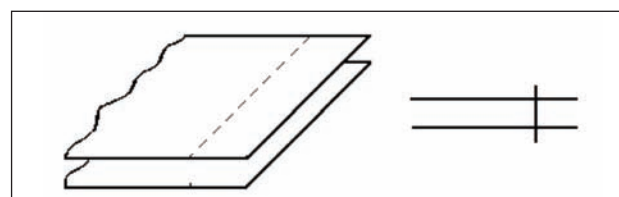
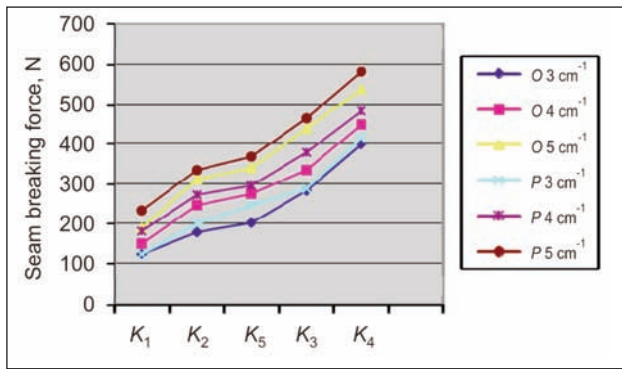
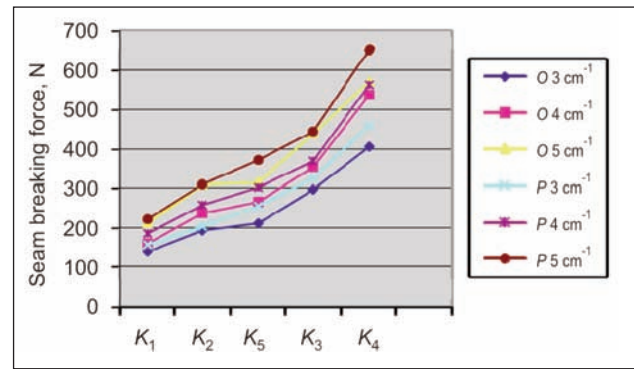


Fig. 3. The stitch mark 1.01.01



a



b

Fig. 4. Changes of seam breaking forces depending on thread type and stitch density:
a – for fabric T_2 ; **b** – for fabric T_7 (O – seam line in warp direction, P – seam line in weft direction)

Table 2

CHARACTERISTICS OF THREADS USED FOR SAMPLE SEAMS SEWING					
Thread characteristics	K_1	K_2	K_5	K_3	K_4
Raw material content	100% cotton	100% Pes	60/40 Pes/cotton	100% cotton	100% Pes
Count, tex	8.9 x 3	8.3 x 2	12.5 x 3	19.4 x 3	20 x 2
Number of twists for single wired yarn, m^{-1}	S 1267	S 1039	S 1026	S 845	S 681
Number of twists at plying, m^{-1}	Z 875	Z 1010	Z 780	Z 690	Z 727
Breaking force, cN	787	1204	1264	2051	2091
Elongation at break, %	4.74	14.22	22.95	6.11	13.94
Breaking force at loop, cN	1 072.2	1 646.1	1 805.3	2 546.7	3 080.3

The analysis of the obtained results of breaking forces shows:

- Increased stitch number improves the strength of analyzed seams, i. e. their breaking and relative breaking force. This improvement can be noticed for all samples, regardless to the type of used thread.
- Comparing fabrics T_7 and T_2 , the bigger breaking force can be noticed at fabric T_7 , which is caused by fabric construction itself. As these fabrics are in the same weave and of the same raw material content, the seam breaking force is influenced by the density of weft and warp wires in the fabric (table 1). The seams in weft direction have bigger breaking force comparing to seams in warp direction, which can be explained as a result of structural solution of woven fabric and its bigger breaking force in warp direction.
- Seam samples that were sewed by PES threads (K_2 , K_4), thanks to better mechanical characteristics, have bigger values of breaking forces in relation to samples sewed by cotton threads (K_1 , K_3). This experiment shows that the biggest relative breaking force (130.9 Ncm^{-1}) was noticed at seam samples of fabric T_7 , with sewing line in weft direction and stitch density 5 cm^{-1} , which were sewed with PES thread 20×2 tex count. The

lowest relative breaking force (24.9 Ncm^{-1}) was noticed at seam samples of fabric T_2 , with sewing line in warp direction and stitch density 3 cm^{-1} , which were sewed with cotton thread 8.9×3 tex count.

Statistic data processing proves the validity of results obtained by the influence of stitch density and sewing thread type on seam strength. This also confirms mutual dependence of seam relative breaking force, as dependence variable, and stitch density and sewing thread type, as independant variable, during which correlation coefficient R is determined.

Table 4 shows correlative and regression analysis of results, which are obtained by testing relative breaking force of seam and stitch density for seam samples with used stitch 301 type.

Linear regression of dependence between relative breaking force and seam strength factor is shown in figures 5 and 6. These regressions are valid for stitch density interval from 3 cm^{-1} to 5 cm^{-1} .

Dependence correlation between parameters, in an interval, besides information on the type of dependence, can also be used for calculating values of one parameter for appropriate value of other one. Understanding dependence between some parameters of sewing process is of great importance in quality control and in the process of textile processing.

Table 3

RESULTS OF TESTING BREAKING CHARACTERISTICS OF SEWED SEAMS									
Stitch density	Thread	Fabric T_2				Fabric T_7			
		Seam line in warp direction		Seam line in weft direction		Seam line in warp direction		Seam line in weft direction	
		Seam breaking force	Relative seam breaking force	Seam breaking force	Relative seam breaking force	Seam breaking force	Relative seam breaking force	Seam breaking force	Relative seam breaking force
		F, N	F_r, Ncm^{-1}	F, N	F_r, Ncm^{-1}	F, N	F_r, Ncm^{-1}	F, N	F_r, Ncm^{-1}
3 cm ⁻¹	K_1	124.9	24.9	125.1	25.0	138.6	27.7	156	31.2
	K_2	179.1	35.8	199.9	39.9	194.0	38.8	203.8	40.7
	K_5	201.2	40.2	246.7	49.3	212.3	42.5	254.5	50.9
	K_3	282.4	56.4	288.3	57.7	295.8	59.2	325.9	65.2
	K_4	398.2	79.6	413.4	82.7	405.1	81.0	460.9	92.2
4 cm ⁻¹	K_1	150.8	30.2	181.9	36.4	160.0	32.0	184	36.8
	K_2	247.3	49.5	272.1	54.4	236.8	47.4	257.4	51.5
	K_5	274.2	54.8	295.1	59.0	265.8	53.2	301.7	60.3
	K_3	334.8	66.9	377.7	75.5	353.9	70.8	368.7	73.7
	K_4	447.2	89.4	483.2	96.6	538.8	107.7	563.0	112.6
5 cm ⁻¹	K_1	190.1	38.0	234.3	46.8	212.0	42.4	221.8	44.4
	K_2	311.8	62.4	334.0	66.8	309.1	61.8	310.1	62.0
	K_5	338.9	67.8	368.3	73.7	314.3	62.9	371.3	74.3
	K_3	436.9	87.4	464.8	93	438.9	87.8	444.2	88.8
	K_4	537.5	107.4	579.4	115.9	570.2	114	654.7	130.9

Table 4

CORRELATION AND REGRESSION ANALYSIS OF RESULTS OBTAINED BY TESTING THE INFLUENCE OF SEAM STRENGTH FACTORS ON RELATIVE SEAM BREAKIN FORCE							
Seam sample	F_r Ncm ⁻¹	Statistical data of correlation and regression analysis ($Y = A + B \cdot X$)					
		R	A	B	SD	t	$F_r = A + B \cdot f_k$
In warp direction of fabric T_2	59.40	0.94665	7.83056	0.85919	7.56214	10.635	$7.83056 + 0.85919 \cdot f_k$
In weft direction of fabric T_2	64.85	0.93951	7.45897	0.98221	9.25843	9.869	$7.45897 + 0.98221 \cdot f_k$
In warp direction of fabric T_7	61.95	0.92989	4.54197	0.96875	9.90728	9.051	$4.54197 + 0.96875 \cdot f_k$
In weft direction of fabric T_7	67.70	0.90051	6.61384	1.03414	12.91078	7.441	$6.61384 + 1.03414 \cdot f_k$

Note: F_r is average value of relative breaking force of seam force;

R – correlative coefficient;

A and B – coefficients of regression (linear) equation;

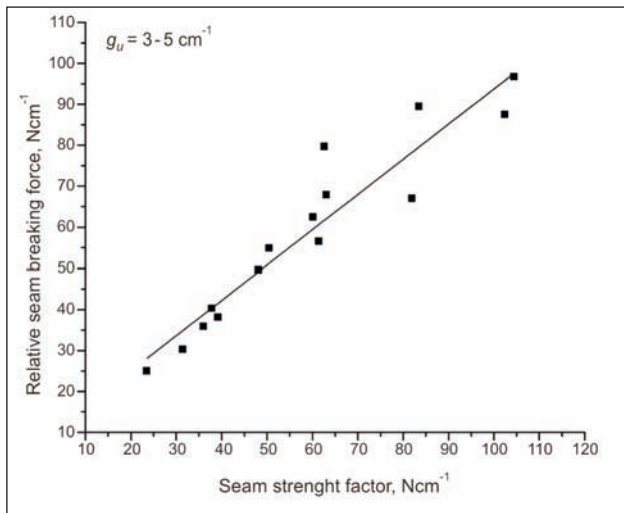
t – t - test;

f_k – seam strength factor, Ncm⁻¹.

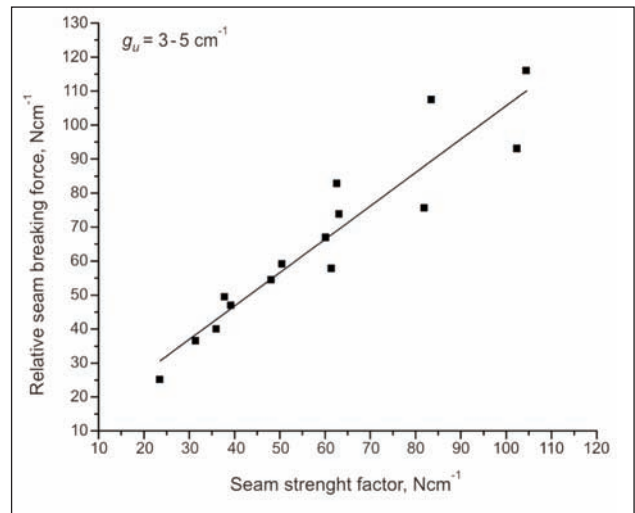
CONCLUSIONS

According to the results from this experiment, it can be concluded that seam strength depends on the fabric used (structural and construction parameters), type of thread used (raw material content, count), as well as on stitch density per cm of the seam.

Testing shows that seam strength improves with improvement of seam density, as a result of greater number of stitches per seam length, i. e. greater number of bonded parts stitched by the thread. Increased number of stitches per seam length needs bigger force of fabric wires slippage (1 mm).

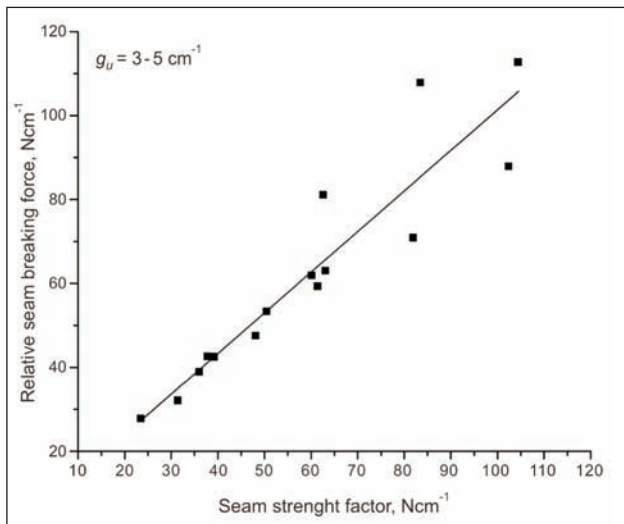


a

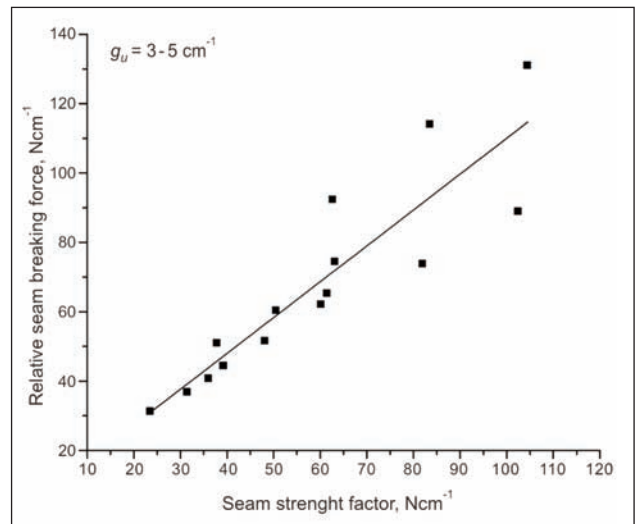


b

Fig. 5. Linear regression between relative breaking force and seam strength factor for samples used on fabric T_2 :
a – seam in warp direction; **b** – seam in weft direction



a



b

Fig. 6. Linear regression between relative breaking force and seam strength factor used for samples on fabric T_7 :
a – seam in warp direction; **b** – seam in weft direction

Having analyzed dependency of relative breaking force and seam strength factor on stitch density, as well as having applied given correlative relationships, it can be concluded that there is a correlation between parameters. It is confirmed by the values of correlation coefficient. On the basis of this analysis, it is possible to predict seam breaking force for stitch density interval from 3 cm^{-1} to 5 cm^{-1} for all above mentioned sewing threads.

Taking into consideration numerous parameters influencing the seam quality (type of material, type and thread count, seam type, stitch type, stitch density etc.), there are many possibilities for combining them with different final characteristics of seams. The main purpose of these combinations is defining the appropriate technical-technological parameters of sewing process in order to improve productivity and seam quality.

BIBLIOGRAPHY

- [1] Prvanov, P., Knez, B. *Utjecaj tkanine, tipa šivanog šava i finoće konca na čvrstoću šavova na odjeći*. In: Tekstil, 1993, vol. 42, issue 10, p. 539
- [2] Geršak, J., Knez, B. *Određivanje čvrstoće švanih šavova na odjeći*. In: Tekstil, 1991, vol. 40, issue 8, p. 361
- [3] Stepanovic, J., Radivojevic, D., Petrovic, V., Besic, C. *Projecting of deformation characteristics of single and twisted wool yarns*. In: Industria Textilă, 2010, vol. 61, issue 3, p. 99

- [4] Stepanovic, J., Milutinovic, Z., Petrovic, V., Pavlovic, M. *Influence of relative density on deformation characteristics of fabrics in plain weave* In: Indian Journal of Fibre & Textile Research, 2009, issue 1, p. 76
- [5] Stojiljkovic, D. T., Petrovic, V., Stojiljkovic, S.T., Ujevic D. *Defining of memory function for tension and deformation of linear textile products on the basis of their rheological models.* In: Industria Textilă, 2009, vol. 60, issue 6, p. 308
- [6] Kordoghli, B., Cheikhrouhou, M., Kacem Saidene, C. *Mechanical behaviour of seams on treated fabrics.* In: Autex Research Journal, 2009, vol. 9, issue 3, p. 87
- [7] Petrović, V., Stojiljković, D., Božović, R., Popov, D. B. *Modelovanje šivenih šavova.* In: Tekstil i praksa, 2005, vol. 44, issue 3, p. 19
- [8] Popov, D. B., Đorđić, D., Kaplanović, N. *Analiza promene jačine konca u procesu šivenja* In: Tekstil i praksa, 2010, vol. 47, issue 1, p. 16
- [9] ISO 4915: *Textiles, Stich types – Classification and terminology*, 1981
- [10] ISO 4916: *Textiles, Seam types- Classification and terminology*, 1982
- [11] SRPS 2062: 2002
- [12] SRPS EN ISO 13934 - 1:2008
- [13] Popov, D. B., Petrović, V., Ćirković, N. *Analiza utjecajnih parametara na jačinu šivanih šavova.* 4th Znanstveno-stručno savjetovanje „Tekstilna znanost i gospodarstvo“, Zagreb, januar 2011
- [14] Kunštek, A. *Čvrstoća šivanih šavova odjeće.* Zbornik Simpozija SITTH i ITO, februar 1989

Authors:

Ph.D. DANIELA BARBULOV - POPOV
Technical faculty "Mihajlo Pupin", Zrenjanin
University in Novi Sad

NENAD ĆIRKOVIĆ
JOVAN STEPANOVIĆ
Technological faculty, Leskovac
University in Nis

MIRJANA RELJIĆ
CIS Institute, Belgrade
e-mail: diiv1@open.telekom.rs



FIBRE BIOREGENERABILE DIN POLIETILENTEREFTALAT

Pentru producerea fibrelor bioregenerabile, **Toray** a achiziționat materia primă de la **Gevo Inc.** – o companie lider în realizarea de produse chimice din surse regenerabile și biocombustibili avansați.

Gevo a reușit să transforme izobutanolul, produs din biomasă, printr-o metodă proprie, extrem de eficientă. Pentru a sintetiza paraxilenul, s-a utilizat un proces chimic tradițional.

Folosind ca materii prime acidul tereftalic sintetizat din paraxilen bio, de la compania Gevo, și monoetilenglicolul regenerabil – disponibil pe piață, compania Toray a produs cu succes mostre de polietilen-tereftalat, prin aplicarea unei noi tehnologii de polimerizare a PET-ului. PET-ul bio posedă proprietăți echivalente cu PET-ul obținut pe bază de petrol, în condiții de laborator.

Pentru prima dată, compania Toray a utilizat un PET bio, complet regenerabil, în producția acestor fibre. PET-ul are un mare volum de producție, comparabil cu celelalte produse petrochimice existente pe piață. Având ca materie primă PET-ul, la nivel mondial,

sunt produse, anual, aproximativ 40 de milioane de tone de fibre de poliester. Aceste fibre sunt utilizate pe scară largă, atât în viața de zi cu zi, cât și în industrie, ele reprezentând unul dintre produsele de bază fabricate și comercializate de Toray.

Cu toate că a fost realizat numai în condiții de laborator, succesul acestui experiment reprezintă o dovadă că fibrele de poliester pot fi produse și la nivel industrial din materii prime pe bază de biomasă complet regenerabilă. Acesta este un pas important în dezvoltarea unei societăți durabile, cu emisii reduse de carbon.

Noile fibre PET bio, complet regenerabile, au fost prezentate, de către compania Toray, la expoziția **Eco-Products 2011**, care a avut loc la Tokyo Big Sight, în decembrie 2011.

În aprilie 2011, compania a lansat, în cadrul noului său program de management pe termen mediu, Proiectul AP-G 2013. Dezvoltarea biopolimerilor este o inițiativă importantă pentru proiectele *Green Innovation* ale companiei Toray.

Smarttextiles and nanotechnologies,
ianuarie 2012, p. 10

REZUMAT – ABSTRACT

Analiza statistică și eficiența participării României la proiecte europene

Absorbția fondurilor structurale este o oportunitate de a susține creșterea economică și reducerea decalajelor de dezvoltare, care, în contextul recesiunii globale, devine o nouă provocare pentru România. Capacitatea de absorbție reprezintă gradul în care o țară este capabilă de cheltuirea efectivă și eficientă a resurselor financiare alocate din fonduri europene. Analiza eficienței absorbției fondurilor europene implică analiza sistemului instituțional creat pentru gestionarea fondurilor și stabilirea beneficiarilor cărora le sunt adresate aceste fonduri. Astfel, putem considera că există două caracteristici distincte, și anume capacitatea de absorbție din partea ofertei (de finanțare) și capacitatea de absorbție a solicitantului. Această lucrare își propune o analiză originală a statisticilor și a eficienței implicării României în proiecte PC 7.

Cuvinte-cheie: fonduri europene, evoluție, eficiență, implementare, analiză statistică

Statistical analysis and the efficiency of Romania's participation in European projects

Absorption of structural funds is an opportunity to support economic growth and reduce the development gap, which, in the context of the global recession, becomes a new challenge for Romania. The absorption capacity represents the degree to which a country is capable of effectively and efficiently spend financial resources allocated from European funds. European funds absorption efficiency analysis would imply analysis of the institutional system designed to manage funds, the beneficiaries to whom these funds are addressed. Thus we can consider that there are two distinct features, namely the absorption capacity from the supply side (funding) and absorption capacity from the applicant. This paper proposes an original analysis of statistics and efficiency of Romania's involvement through FP 7 projects.

Key-words: european funds, evolution, efficiency, implementation, statistical analysis

Principalul instrument de cercetare al Uniunii Europene este Programul Cadru 7 (PC 7), care este programul european de cercetare ce a început la sfârșitul anului 2006 și dispune de o finanțare de 53,2 miliarde de euro pe o perioadă de șapte ani. În viziunea Comisiei Europene, acest program reprezintă "o investiție în viitorul Europei". El constituie, alături de alte reforme prevăzute a avea loc la nivel național și european, una dintre inițiativele menite să transpună în viață obiectivul stabilit de șefii de stat, în anul 2000, la Lisabona, de transformare a U.E. în "cea mai dinamică și competitivă economie bazată pe cunoaștere".

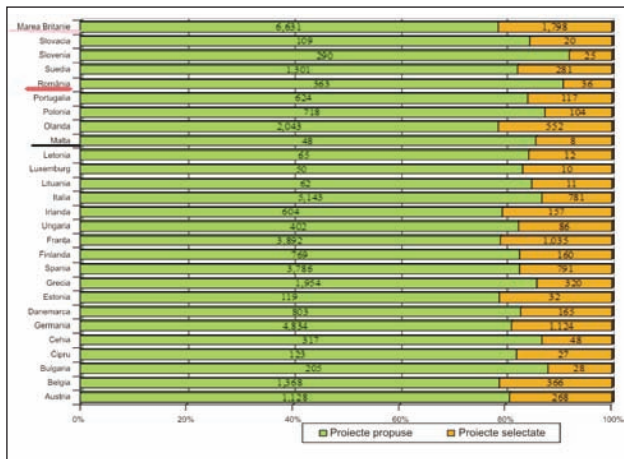
PC 7 sprijină cercetarea în zonele de prioritate selectate, scopul fiind acela de a face, sau de a păstra U.E. în calitate de lider mondial în aceste sectoare și pentru a răspunde necesităților și competitivității locurilor de muncă din Europa.

PC 7 este compus din patru programe specifice, plus un al cincilea program destinat cercetării în domeniul nuclear. Cele patru programe specifice sunt: Cooperare, Idei, Oameni și Capacități, iar fiecare program are propriul buget. Evaluarea potențialului de cercetare al organizațiilor aspirante la participarea cu proiecte finanțabile în programul cadru PC 7 reprezintă, în sine, o problemă de management [1]. Procesul de evaluare se poate constitui într-un instrument de management, care este util, în primul rând, pentru top

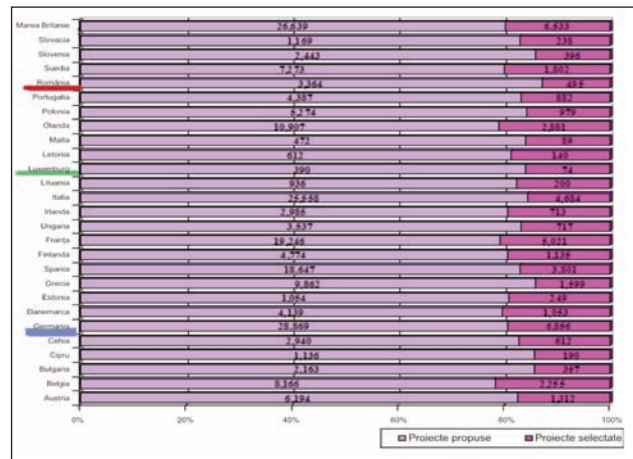
managementul sau middle managementul organizațiilor, dar nu exclusiv. Având în vedere unul dintre principiile fundamentale ale managementului calității – implicarea personalului, care constituie unul dintre pilonii Managementului Calității Totale, evaluarea potențialului de cercetare ar trebui să prezinte interes pentru personalul de la toate nivelurile organizației [N.T.S.C., "Assesing Fundamental Research", www.nsf.gov/sbe/srs/ostp/assess].

De aceea, realizarea sistemului de determinare a potențialului de cercetare are la bază un transfer de cunoștințe (know-how) din diverse domenii ale managementului – general, strategic, al calității etc. Unele dintre metodele care vor fi abordate în continuare sunt revendicate de diverse domenii ale managementului. Ele prezintă un spectru larg de aplicabilitate. Esențial este, însă, ca ele să fie adaptate, pentru a-și găsi eficiența în procesul de evaluare a potențialului de cercetare [2].

Analiza absorbției fondurilor europene trebuie să examineze implicarea cercetării românești prin proiecte europene în cadrul PC 7 și o analiză comparativă a participării românești în cadrul proiectelor de cercetare din programele anterioare PC 5, PC 6, precum și pregătirea din punct de vedere statistic a performanțelor științifice și financiare ale acestora [www.ec.europa.eu/research/enquiries].



Sursa datelor: <http://europa.eu/> calcul al autorilor
 Fig. 1. Proiecte propuse versus proiecte selectate: coordonatori



Sursa datelor: <http://europa.eu/> calcul al autorilor
 Fig. 2. Rata de succes a proiectelor propuse versus proiecte selectate

În primul rând, articolul își propune o abordare statistică a analizei participării instituțiilor de cercetare românești și integrarea analizei structurii de participare în prioritățile tematice, iar în al doilea rând urmărirea eficacității participării „actorilor” implicați în proiectele europene.

De asemenea, în acest studiu de caz s-a pus accentul pe proiectele ce se încadrează în programul Cooperare PC 7, în cadrul temei Științe socio-economice și umaniste, deoarece se realizează și o analiză SWOT a gradului în care România a reușit sau nu să absoarbă fondurile europene destinate cercetării. Articolul generează date cu privire la structura calitativă și cantitativă a instituțiilor de cercetare participante la PC 7. Analiza se referă la proiecte de cercetare câștigate de către consorții europene, în care cel puțin unul dintre parteneri a fost o instituție de cercetare românească. Sursa de informații pornește de la o serie de documente informative furnizate de către Comisia Europeană și CORDIS și de către alte baze de date europene. Eficacitatea politicii de cercetare este dată de succesul și sprijinirea instituțiilor publice pentru a deveni mai active și mai competitive la nivel european. Prin urmare, studiul furnizează datele necesare pentru a identifica sinergiile sau tensiunile dintre diferitele componente de finanțare a programelor naționale de cercetare, pentru a califica domeniile de cercetare, care sunt mai bine reprezentate. Există un număr mare de contracte în care România a fost o parteneră în proiecte europene. Cu toate acestea, participarea insuficientă este menționată în mod repetat în continuare, ea fiind o problemă în special pentru mai multe domenii de activitate. O distribuție a numărului de contracte semnate cu partenerii români în prioritățile tematice duce la concluzia că nu există domenii în care România nu este activă și, prin urmare, este recunoscută ca un partener competent în unele proiecte, precum Dezvoltare Durabilă sau Tehnologii pentru Societatea Informațională, dar și în proiecte complexe europene, care demonstrează capacitățile și performanțele proiectelor de tip EURATOM.

RATA DE SUCCES A ROMÂNIEI ÎN PROIECTE PC 7

Rata de succes a României, în funcție de coordonatori, este semnificativ mai mică, din punct de vedere statistic, în comparație cu rata de succes în funcție de coordonatori la nivelul tuturor statelor membre ale U.E. [3].

În figura 1 se poate observa că România are un număr mic de proiecte propuse în care este coordonator, spre deosebire de alte state europene. Cu toate acestea, România se află la mijlocul clasamentului cu 363 de proiecte. Aproximativ pe aceeași poziție se află și în ceea ce privește proiectele selectate, în care o organizație din România este coordonator (36 de proiecte). Țara care are cele mai multe organizații coordonatoare în proiectele PC 7 este Marea Britanie, cu 1 798 de proiecte, iar țara care se clasează pe ultima poziție este Malta, cu 8 proiecte în care există o organizație coordonator de proiect [<https://cordis.europa.eu/emmp7/index.cfm?fuseaction=welcome>].

Performanța României, prin participarea la Programul Cadru 7 al U.E. este comparată cu cea a altor țări. Trebuie să fie subliniat faptul că accesul la o finanțare suplimentară este un factor decisiv pentru participarea acestor țări. În mod similar, participarea la programul-cadru, în toate aceste țări, a fost motivată de găsirea de noi soluții în abordările științifice și tehnice, precum și de dorința de acumulare de noi cunoștințe. Aproape toate țările au avut un start similar, din punct de vedere economic și social, iar fondurile destinate cercetării și infrastructurii sunt mai mult sau mai puțin comparabile [4].

În figura 2 sunt reprezentate grafic atât numărul de proiecte propuse spre finanțare prin PC 7, la nivel european, de fiecare stat membru în parte, cât și numărul de proiecte care au fost selectate. Așa cum reiese din reprezentarea grafică, țara cu cele mai multe proiecte este Germania – cu 28 860 de proiecte, urmată îndeaproape de Marea Britanie – cu 26 639 de proiecte. Cel mai mic număr de proiecte

DISTRIBUȚIA PROCENTUALĂ PE TIPURI DE ORGANIZAȚII PARTICIPANTE ÎN PROIECTE

Tipul de organizație	Anul		
	2007	2008	2009
OTH	3,57%	0,88%	2,22%
PUB	15,87%	15,93%	2,22%
REC	25,40%	30,97%	37,78%
HES	27,38%	23,01%	40,00%
PRC	27,78%	29,20%	17,78%
Total	100%	100%	100%

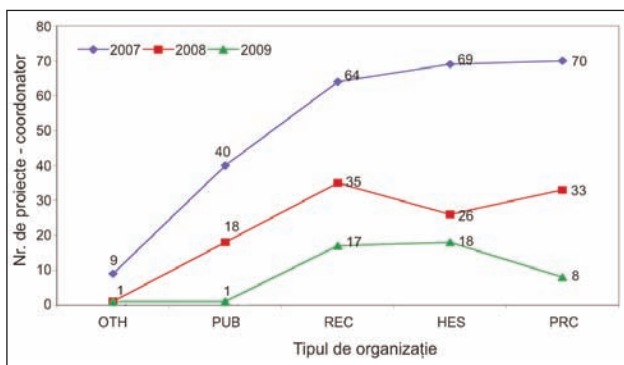
Sursa datelor: [http://europa.eu/calcul al autorilor](http://europa.eu/calcul%20al%20autorilor)

de cercetare propuse vin din partea statului Luxemburg – 390 de proiecte. România a propus spre finanțare un număr de 3 364 de proiecte de cercetare. Aceeași clasificare se păstrează și în ceea ce privește numărul de proiecte selectate. Germania are un număr de 6 856 de proiecte de cercetare selectate spre finanțare prin PC 7, România 495 de proiecte, iar Luxemburg 74 de proiecte [5]. Așa cum reiese din grafic, în Franța și Olanda, au fost selectate peste 20% din numărul proiectelor propuse. România are cel mai mic procent de proiecte selectate din numărul total de proiecte propuse, de aproximativ 10%. Așadar, proiectele din România nu sunt realizate la standarde europene și, deși intra în competiție, nu reușesc să obțină finanțarea.

CARACTERISTICI ALE PROIECTELOR CU CARE ROMÂNIA PARTICIPĂ ÎN PC 7

Principalul instrument generator de cunoaștere pentru implementarea tematicilor PC 7 sunt proiectele care au rolul de a integra o masă critică de activități și resurse umane și financiare importante. Tot prin aceste instrumente de implementare a cercetării se realizează obiective ambițioase, bine definite științific și tehnic, cu o dimensiune europeană [6].

În figura 3 se observă că, în anul 2007, cel mai mare număr de proiecte-coordonator a fost realizat în cadrul companiilor private (70 de proiecte), dar că, în anul 2008, numărul acestora la nivelul companiilor private a fost de 33, ajungând ca, în 2009, companiile private să coordoneze doar un număr de 8 proiecte de cercetare. Din grafic reiese că cea mai mică participare în coordonarea proiectelor europene de cercetare este în cadrul administrației publice (40 de proiecte – în 2007, 18 proiecte – în 2008 și un proiect – în 2009). Organizațiile al cărui domeniu de activitate în reprezintă cercetarea au coordonat 64 de proiecte – în 2007, 35 de proiecte – în 2008 și doar 17 proiecte – în 2009. Așa cum reiese din grafic, la nivelul României s-a înregistrat o scădere dramatică a numărului de proiecte-coordonator, cu care aceasta a participat în cursa pentru finanțarea europeană. Acest trend s-a păstrat la nivelul tuturor celor cinci tipuri de organizații, care pot propune proiecte în cadrul PC 7.



Sursa datelor: [http://europa.eu/calcul al autorilor](http://europa.eu/calcul%20al%20autorilor)

Fig. 3. Tipul organizațiilor participante la proiecte

În tabelul 1 se poate observa distribuția procentuală a proiectelor-coordonator, în anii 2007–2009, în funcție de tipul de organizație. În anul 2007, cel mai mare procent era deținut de companiile private (27,78%), în anul 2008, cea mai mare pondere (30,97%) o dețineau instituțiile de cercetare, iar în anul 2009 instituțiile de învățământ au obținut cele mai multe proiecte-coordonator de cercetare, având o pondere de 40%.

În perioada 2007–2009, un număr de 410 proiecte cu coordonatori sau parteneri români au fost selectate. Distribuția funcției instituției din România la proiectele câștigate este reprezentată grafic în figura 4. În 94% din proiectele de cercetare finanțate, instituțiile din România au avut calitatea de participant și doar în 6% din ele în calitate de coordonator. Acest lucru se poate datora lipsei de motivație a celor implicați în proiectele de cercetare.

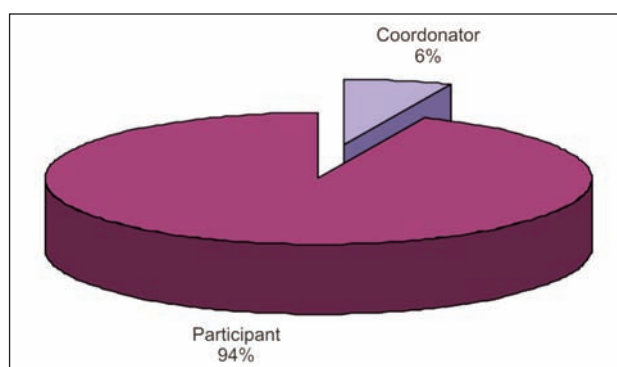


Fig. 4. Distribuția instituțiilor de cercetare din România în programe finanțate FP7

Distribuția procentuală a numărului de participări în proiecte de cercetare europene, raportată la anul în care acestea fost finanțate este prezentată în figura 5. Procentul cel mai mare de proiecte a fost câștigat în competițiile din 2007 (61%), acest procent fiind, din punct de vedere statistic, semnificativ mai mare comparativ cu cel din 2008 – cu o valoare de 28%, respectiv 2009 – de doar 11%. Se poate observa că, în anul 2007, România a avut cele mai multe proiecte

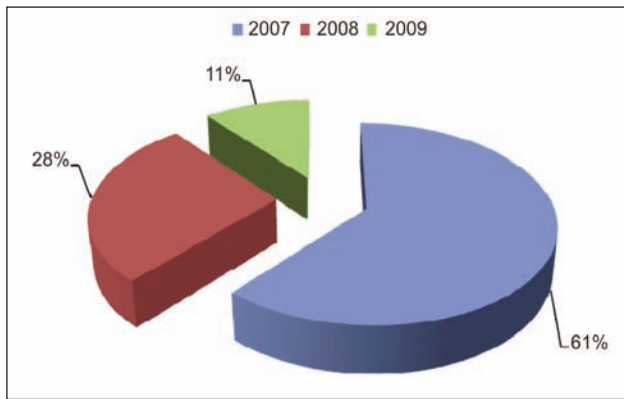


Fig. 5. Distribuția procentuală anuală a numărului de participări în proiecte de cercetare europene

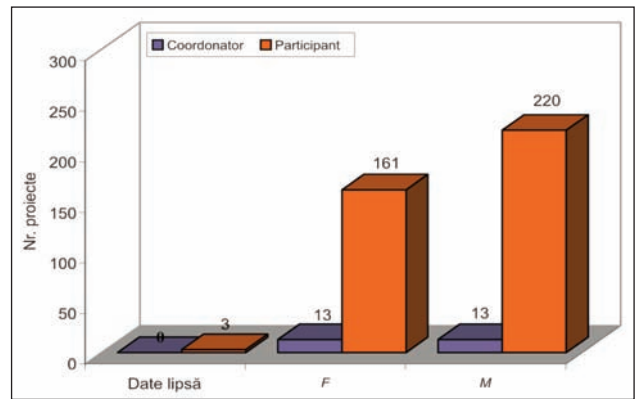


Fig. 7. Distribuția pe sexe a responsabililor din România

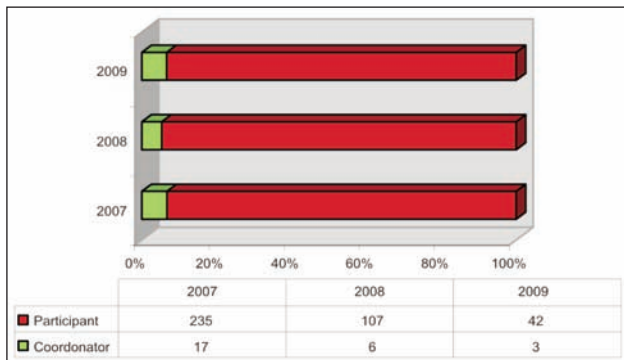


Fig. 6. Distribuția anuală a proiectelor în funcție de rolul organizației

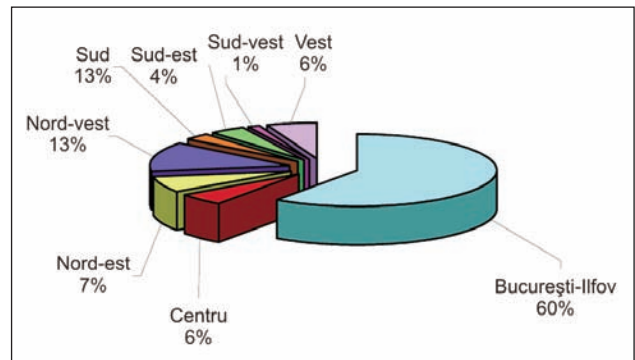
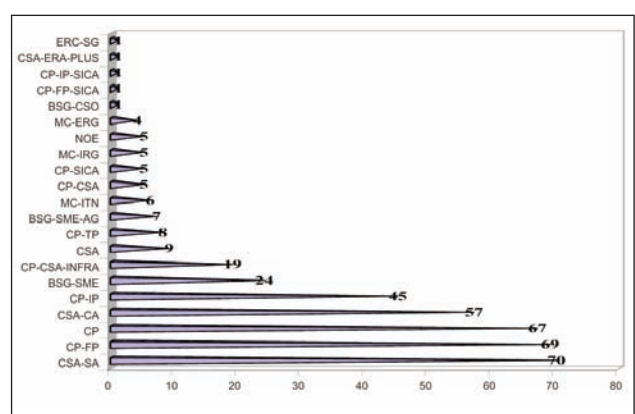


Fig. 8. Distribuția numărului de proiecte pe an și regiune de dezvoltare

te-coordonator finanțate prin PC 7. În anul 2009, în doar 3 proiecte organizațiile din România au avut rolul de coordonator al proiectelor de cercetare. În funcție de rolul organizației, distribuția procentuală anuală a proiectelor este diferită (fig. 6). Analiza numărului de participanți în proiectele selectate a pus în evidență următoarele rezultate:

- în calitate de coordonator, România a avut între 1 și 28 de participanți:
 - 1 participant – la 14 proiecte;
 - 4 participanți – la 2 proiecte;
 - 7 participanți – la 2 proiecte;
 - între 3 și 28 de participanți – la câte un proiect (în total 8 proiecte).
- în calitate de participant, România a avut minimum 2 participanți și maximum 64 de participanți:
 - 8 participanți – la 27 de proiecte;
 - 9 participanți – la 26 de proiecte;
 - 10 participanți – la 28 de proiecte;
 - 11 participanți – la 24 de proiecte;
 - 16 participanți – la 22 de proiecte.

Din figura 7 reiese că distribuția pe sex a responsabilului român s-a dovedit a fi omogenă, neexistând diferențe semnificative din punct de vedere statistic. Numărul participanților de sex masculin a fost de 220 în proiectele în care organizația din România a fost participant și 13 în cele în care organizația a fost



Sursa datelor: <http://europa.eu/> calcul al autorilor

Fig. 9. Statistica numărului de contracte în funcție de tipul de proiect finanțat

coordonator. Participanții de sex feminin au fost în număr de 13 la proiectele-coordonator și 161 la cele în care organizațiile românești au fost participanți. În figura 8 este redată distribuția numărului de proiecte de cercetare selectate în funcție de an și, respectiv, regiunea de dezvoltare.

În graficul din figura 9 este prezentată o statistică a numărului de contracte de cercetare europeană în funcție de tipurile de proiecte finanțate (CP, CSA-SA, CP-IP etc.).

RATA DE SUCCES A ROMÂNIEI ÎN DOMENIUL ȘTIINȚELOR SOCIO-ECONOMICE ȘI UMANISTE

În cadrul acestei teme din programul Cooperare PC7 au fost identificate:

- 241 de proiecte eligibile – Ro (din totalul de 9 229 de proiecte eligibile);
- 13 proiecte selectate – Ro (din totalul de 986 de proiecte selectate).

Rata de succes pentru România s-a dovedit a fi semnificativ mai mică, din punct de vedere statistic, în comparație cu rata de succes la nivelul statelor Uniunii Europene.

În figura 10 sunt reprezentate grafic proiectele de cercetare eligibile din cadrul temei Dezvoltare socio-economică și umanistă, propuse spre finanțare prin PC 7, la nivel european, de către fiecare stat membru în parte, dar și ponderea proiectelor de cercetare care au fost selectate. Așa cum reiese din grafic, Malta este țara cu cea mai mare pondere a proiectelor de cercetare selectate, fiind selectate aproximativ 20% din proiectele eligibile. România are o pondere mai mică, sub 10 procente, a numărului de proiecte selectate din numărul total de aplicații eligibile. Luxemburg este statul cu cea mai mică pondere a aplicațiilor selectate în totalul aplicațiilor eligibile. La nivel de coordonator al proiectelor de cercetare pe tema dezvoltare socio-economică și umanistă, România a participat cu:

- 14 proiecte eligibile (din totalul de 1 252 de proiecte eligibile);
- 0 proiecte selectate (din totalul de 122 de proiecte selectate).

Așa cum se poate observa din figura 11, rata de succes, pentru România, nu este semnificativ diferită de cea a celorlalte state membre U.E. În general, țările care au aderat la Uniunea Europeană în ultimele

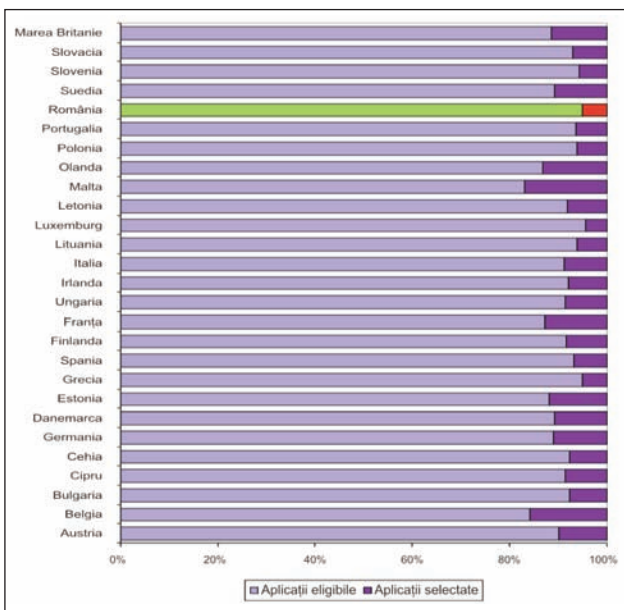
două valori nu au avut niciun proiect de cercetare pe tema Dezvoltare socio-economică și umanistă, în care o organizație cu sediul în aceste state să fie coordonator. Franța, Marea Britanie și Austria sunt țările care au cea mai mare pondere a proiectelor de cercetare selectate în cadrul acestei teme.

În concluzie, se poate afirma că influența fondurilor europene asupra nivelului PIB și al FBC este destul de slabă, deși situația economică a României, confruntată cu lipsa de lichiditate, solicită proiecte mult mai competitive, în vederea atragerii de fonduri externe [7].

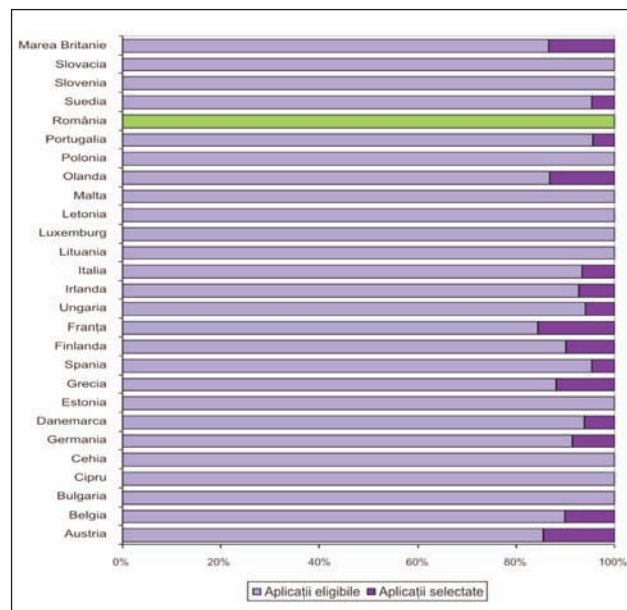
ANALIZA SWOT PRIVIND GRADUL DE ABSORBȚIE A FONDURILOR EUROPENE, PRIN PROIECTE

Pentru a scoate în evidență modul în care sunt absorbite fondurile europene destinate dezvoltării socio-economice la nivelul României, s-a realizat o analiză SWOT asupra nivelului de absorbție a acestora, respectiv o analiză a mediului intern – prin identificarea punctelor tari și a punctelor slabe, precum și a cauzelor care le-au determinat, dar și o analiză a mediului exterior – prin identificarea oportunităților și amenințărilor.

Analiza SWOT reprezintă calea practică pentru asimilarea informației privind mediul intern și mediul extern al domeniului socio-economic. Această analiză este un fel de scanare a mediului intern și extern, orientată spre a surprinde patru aspecte ale activității în acest domeniu. Aceasta "scanare" revelează anumite itemuri – probleme, cauze, condiționări, articole, care servesc ca mijloace de propulsie, ori, dimpotrivă, acționează ca frâne, pentru atingerea obiectivului stabilit, și anume atingerea unui nivel cât mai ridicat al dezvoltării socio-economice în România. Punctele forte și oportunitățile reprezintă



Sursa datelor: <http://europa.eu/> calcul al autorilor
Fig. 10. Aplicații eligibile versus aplicații selectate



Sursa datelor: <http://europa.eu/> calcul al autorilor
Fig. 11. Aplicații eligibile versus aplicații selectate la nivel de coordonator

ORDONAREA ITEMURILOR SWOT		
Mediul	Puncte forte	Puncte slabe
Mediul intern	<ul style="list-style-type: none"> Fonduri atrase și proiecte de cercetare câștigate reprezentând bani nou intrați în economie, efectul lor asupra dezvoltării socio-economice fiind unul deosebit; Cadrul legislativ aliniat normelor Uniunii Europene facilitează accesarea banilor europeni; Introducerea la nivelul României a practicii realizării și finalizării de proiecte în cadrul unor organizații mai puțin dinamice; Creșterea ofertei de servicii de consultanță destinate ușurării și sprijinirii accesării banilor europeni 	<ul style="list-style-type: none"> Lipsa unor resurse financiare pentru finanțarea/cofinanțarea proiectelor finanțate din fonduri structurale și, de asemenea, lipsa banilor necesari implicării în proiecte de cercetare; Slaba pregătire a personalului din administrația publică, ce nu poate oferi suport în accesarea banilor europeni; Absența unei etici a muncii în rândul populației României, indiferent de domeniul de activitate; O perioadă de timp incertă pentru rambursarea cheltuielilor către beneficiari de către Autoritatea de Plăți
Mediul extern	Oportunități	Amenințări
	<ul style="list-style-type: none"> Posibilitatea accesării fondurilor europene sau a participării în proiecte de cercetare PC 7 până în anul 2013; Posibilitatea urmării exemplurilor de bună-practică din partea statelor care au deja experiența valorilor trecute ale fondurilor structurale sau care au fost deja implicate în proiecte importante de cercetare 	<ul style="list-style-type: none"> Prezența efectelor crizei economico-financiare, resimțite la nivel mondial; Apropierea de sfârșitul perioadei în care România poate accesa fonduri europene sau poate participa la proiecte de cercetare; închiderea call-urilor pentru o serie de teme din PC 7
	<ul style="list-style-type: none"> Acordarea de credite de către Banca Europeană de Dezvoltare, Banca Mondială sau alte organisme de investiții; Schimbarea stilului de viață a populației din România 	<ul style="list-style-type: none"> Migrarea tinerilor și a forței de muncă înalt calificată către țările mai dezvoltate din punct de vedere economic și care oferă un nivel de trai cel puțin decent; Ofertă de creditare greu accesibilă (garanții mari cerute de organisme de creditare)

condiționări pozitive pentru atingerea obiectivului, iar punctele slabe și amenințările constituie impedimente sau condiționări negative. Obiectivul analizei SWOT este acela de a recomanda strategiile care asigură cea mai bună aliniere între mediul extern și cel intern. Prin alegerea unei strategii corecte de acționare, se poate influența impactul acestor forțe în avantajul dezvoltării socio-economice a țării noastre. Organizațiile folosesc inventarele de "puncte forte", "puncte slabe", "oportunități" și "amenințări", pentru a genera strategii ce se potrivesc situațiilor particulare existente sau anticipate, capacităților și obiectivelor. Pentru ca analiza SWOT să devină realmente analitică, adică evaluativă și specifică este nevoie de o ordonare a itemurilor.

Ordonarea pe listele de inventariere stabilește, în primul rând, prioritățile pe termen scurt, dar și cele pe termen lung. Itemurile clasificate drept "priorități pe termen scurt" sunt considerate "probleme curente" și excluse de pe listele ce vor fi folosite pentru construirea planificării strategice.

În tabelul 2 itemurile sunt prezentate în ordinea importanței, sau în ordinea priorităților, printr-o evaluare subiectivă, realizând un profit SWOT al nivelului de absorbție a banilor europeni. Prin urmare, în fiecare inventar, itemurile sunt listate subiectiv în ordinea importanței acestora.

Analiza SWOT poate fi folosită pentru stabilirea direcțiilor generale de absorbție a banilor europeni și pentru definirea alternativelor. În acest scop, se elaborează așa-numitele "strategii SWOT" pe baza matricei de analiză SWOT. Această abordare permite transpunerea informațiilor colectate prin analiza SWOT în formularea posibilelor acțiuni viitoare. În tabelul 2 am fost selectate patru din cele mai importante idei de identificare în cadrul analizei SWOT, pentru a obține o imagine de ansamblu clară și pentru a creiona strategiile.

CONCLUZII

Din cele prezentate în lucrare, rezultă următoarele concluzii:

- Nivelul de absorbție a fondurilor europene se situează încă la un nivel foarte scăzut, România reușind să atragă doar un procent de 0,12% din valoare totală a programului, în această direcție existând serioase probleme ce trebuie rezolvate, pentru a putea avea rezultate mai bune în perioada care a rămas până la momentul încheierii alocării acestor tipuri de fonduri. Desigur, trebuie avut în vedere faptul că această analiză a luat în calcul doar datele care au fost disponibile până la sfârșitul anului 2010. Așadar, rata absorbției fondurilor europene e posibil să fi crescut,

ținând cont că, în perioada analizată, s-a observat un flux ascendent. România mai are încă timp să acceseze banii europeni până la sfârșitul anului 2013, dacă reușește să mobilizeze mai bine atât personalul din administrația publică, cât și întreaga societate.

- În teoria macroeconomică se spune că cu cât capacitatea de absorbție a fondurilor europene este mai mică, cu atât este mai bine pentru echilibrul macroeconomic. În practica românească, această teorie nu se respectă, deoarece nivelul absorbției fondurilor este foarte scăzut (aproximativ 10%), iar nivelul ratei inflației și a cursului de schimb au crescut.
- Se poate observa că, la nivelul României, există o oarecare lipsă de autoritate și de coordonare a procesului de accesare a banilor europeni. Perioada de timp pentru rambursarea cheltuielilor către beneficiari de către Autoritatea de Plăți este încă incertă. Pentru a cheltui cât mai mult (evident, și cât mai eficient) din banii altuia, în principiu nimeni nu te împinge de la spate, iar România se pare că încă nu a înțeles acest principiu. Managementul politic al instituțiilor implicate în accesarea banilor europeni este foarte puțin implicat și interesat de această problemă, care, desigur, necesită eforturi ridicate de înțelegere a cunoștințelor specifice.
- Structurile instituționale de administrare a instrumentelor structurale și de acordare a sprijinului în cadrul PC 7 au avut sarcini clar definite, dar se pare că acestea nu au reușit să se mobilizeze suficient, iar resursele umane din cadrul lor nu au

fost suficient de motivate în demersul de a atrage cât mai mulți bani europeni.

- Rata de succes a proiectelor în care România este partener în cadrul propunerilor de proiect este de 10,99% (pentru solicitanți), iar pentru proiectele finanțate rata de succes este de doar 6,58% (pentru buget). De asemenea, s-a constatat că beneficiile economice obținute de către instituțiile de cercetare românești sunt, în general, pozitiv evaluate mai puțin decât majoritatea celorlalte. Integrarea țărilor candidate (așa cum a fost România în momentul în care a început PC 6) și a noilor state membre (din 2007) în Programul Cadru creează un set de probleme provocatoare în domeniul cercetării-dezvoltării. Problemele cu care se confruntă România au fost exprimate cu diferite ocazii, subliniindu-se faptul că România se confruntă cu bariere importante pentru a intra în mod pozitiv în proiecte finanțate de Programul Cadru. Datele statistice obținute din surse oficiale arată că instituțiile de cercetare românești participă la competiții din Programul Cadru cu o rată de succes mai mare decât unele țări din Europa Centrală și decât țări de aceeași mărime din Europa de Est. Barierele menționate pentru participarea României sunt de natură mai generală și sunt datorate lipsei relative de experiență în competiții europene, lipsei unor rețele comune europene stabilite de cercetătorii români cu cercetătorii din țările U.E., lipsei de capital și de echipamente de cercetare și, mai ales, lipsei unei infrastructuri performante de cercetare. Evident, aceste bariere ar trebui să scadă în mod natural, odată cu armonizarea progresivă a sistemelor de guvernare a României cu restul țărilor membre U.E.

BIBLIOGRAPHY

- [1] Guston, D. *Public research, innovation and technology policies in U.S. The expanding role of peer review processes in the United States*, 2001, p. 4–315
- [2] Jasanoff, S. *The fifth branch: Science advisers as policy makers*. Harvard University Press, 1990
- [3] *Decision no. 1982/2006/CE du Parlement Européen et du Conseil du 18 décembre 2006 relative au septième programme-cadre de la Communauté européenne pour des actions de recherche, de développement technologique et de démonstration (2007–2013)*
- [4] Work Programme 2010. Capacities. Part 7. Activities of International Cooperation. European Commission C (2009) 5905 of 29.07.2009
- [5] Impact Assessment Report on the Specific Programme International RTD Cooperation Seven Framework Programme, November 2009
- [6] Review of the Science and Technology Cooperation between the European Community and the United States of America 2003-2008. Final Report, Manfred Horvat and Keith A Harrap, January 2009
- [7] Stocktake of Australian engagement with FP7, FEAST, May 201

Autori:

Prof. univ. dr. MARGARETA FLORESCU
Academia de Studii Economice
Piața Romană nr. 6, 010374 București
e-mail: icefaceus@yahoo.com

Dr. ing. EMILIA VISILEANU
Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Textile și Pielărie
Str. Lucrețiu Pătrășcanu nr. 16, 030508 București
e-mail: certex@ns.certex.ro

Investigation of the usage possibility of copper cyclohexane monocarboxylate (copper naphthenate) as a textile dye

AYLIN YILDIZ
RIZA ATAV
MERVE ÖZTAŞ

A. ÖZGÜR AĞIRGAN
Z. EVRİM KANAT

REZUMAT – ABSTRACT

Studierea posibilității folosirii cuprului ciclohexan monocarboxilat (naftenatului de cupru) în calitate de colorant textil

În acest studiu a fost investigată posibilitatea utilizării naftenatilor, care sunt hidrocarburi saturate prezente în compoziția chimică a grăsimilor obținute din petrol, în calitate de coloranți în industria textilă. În acest scop, mai întâi a fost obținut un compus al naftenatului de cupru (un colorant care conține metal), de culoare albastră, printr-o reacție a acidului naftenic cu sarea de cupru obținută dintr-o fracție de petrol. Compoziția chimică a acestui compus a fost analizată prin metode spectrofotometrice (IR, NMR și ESR). Au fost analizate, apoi, condițiile optime ale solubilității colorantului sintetizat în prezența și absența ultrasunetelor și a fost determinată capacitatea tinctorială a diferitelor fibre (din bumbac, lână, poliamidă, poliester, poliacrilonitril), folosind un colorant sintetizat. În final, au fost efectuate teste pentru determinarea unor posibile efecte cancerigene și/sau alergice ale colorantului. Conform rezultatelor obținute, nu există niciun astfel de pericol. Conform rezultatelor experimentale obținute, s-a stabilit faptul că naftenatul de cupru poate fi folosit în vopsirea fibrelor de lână.

Cuvinte-cheie: colorant, petrol, acid naftenic, ultrasunete, lână

Investigation of the usage possibility of copper cyclohexane monocarboxylate (copper naphthenate) as a textile dye

In this study, usage possibility of naphthenates, which is known as saturated hydrocarbons present in the chemical composition of grease obtained from the handling of petrol, as a dye in textile industry was investigated. For this aim, firstly the naphthenate copper complex (a dye containing metal) with blue color is obtained from the reaction of naphthenate acid and copper salt obtained from the side fraction of petrol. Chemical composition of this compound was analyzed by using spectrophotometric methods (IR, NMR and ESR). Furthermore, optimum conditions for solubility of synthesized dye were determined in the presence and absence of ultrasound. Then, dyeability of various fibers (cotton, wool, polyamide, polyester, polyacrylonitrile) with synthesized dye was determined. Finally, tests were performed in order to determine whether the dye has carcinogenic and/or allergy effect. According to the results, it was observed that there is no danger in this direction. According to the experimental results, it was determined that copper naphthenate compound can be used in dyeing of wool fibers.

Key-words: dye, petroleum, naphthenic acid, ultrasound, wool

In a changing and evolving world, expectations of people are increasing in the textile sector as in all other areas. One of the important expectations is ecological and economical production in textile finishing. Ecological production is to use environmentally friendly methods that do not harm the environment during production. However nowadays this is not sufficient and the use of a product repeatedly, which is known as “recycling” concept, comes into prominence. At this point, the recycle of various wastes becomes very important. For this purpose, in this study, usage possibility of naphthenates, which is known as saturated hydrocarbons present in the chemical composition of grease obtained from the handling of petrol, as a dye in textile industry was investigated as a recycling alternative.

In this study, firstly the naphthenate copper complex (a dye containing metal) with blue color is obtained

from the reaction of naphthenate acid and copper salt obtained from the side fraction of petrol. Then, optimum conditions for solubility of synthesized dye were determined in the presence and absence of ultrasound. Ultrasound can enhance a wide variety of chemical and physical processes, mainly due to the phenomenon known as cavitation in a liquid medium that is the growth and explosive collapse of microscopic bubbles. Sudden and explosive collapse of these bubbles can generate “hot spots”, i.e. localized high temperature, high pressure, shock waves and severe shear force capable of breaking chemical bonds [1, 2].

Although there are some studies about using naphthenates which is mixed with some heavy metals as lubricant, emulsifier, and catalyst in textile, there is no research carried out on usage possibility of naphthenates which is reacted with transition metals as a

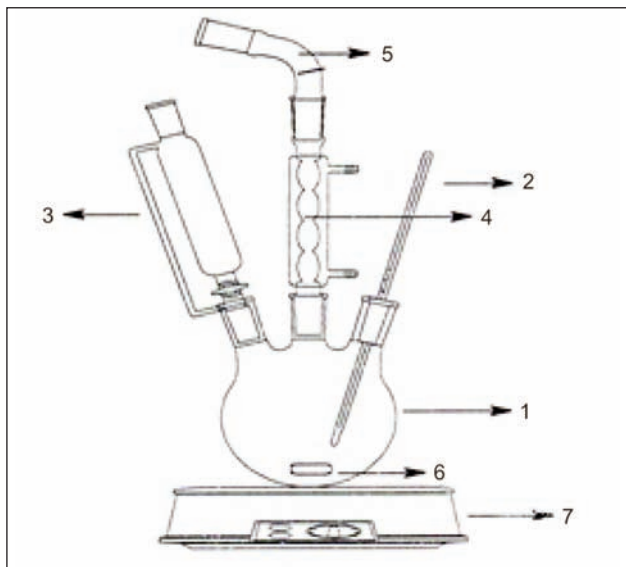


Fig. 1. The mechanism used in the synthesis of dye:
 1 – three necked flask; 2 – thermometer; 3 – dropping funnel; 4 – condenser; 5 – tube of CaCl₂; 6 – magnet; 7 – magnetic stirrer

dye for coloration of various fibers (cotton, wool, polyamide, polyester, polyacrylonitrile). Therefore, usage of the naphthenates compounds that consist transition metals as a dye in textile is a unique investigation.

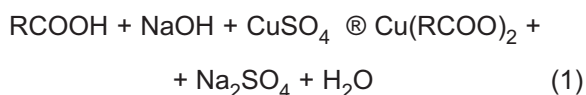
MATERIALS AND METHODS

In this study, usage possibility of naphthenates, which is known as saturated hydrocarbons present in the chemical composition of grease obtained from the handling of petrol, as a dye in textile industry was investigated. The study consists of two main stages:

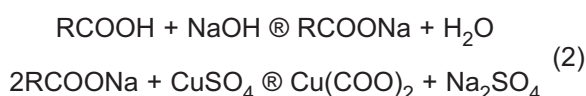
- synthesis and characterization of dye;
- investigation of the usage possibility of synthesized compound as a dye in textile industry.

Synthesis and characterization of dye

In this stage of the study, copper cyclohexane monocarboxylate compound (the naphthenate copper complex) with blue color is obtained from the reaction of naphthenate acid and copper salt obtained from the side fraction of petrol [3–7]. The synthesis reaction of copper cyclohexane monocarboxylate compound is as follow equation (1):



This reaction occurs in two steps (2):



For actualization of the reaction, firstly cyclohexane monocarboxylic acid was dissolved in organic solvent and acids sodium salts were constituted by adding caustic soda [8]. Then copper cyclohexane monocarboxylate were obtained by adding copper sulphate. The synthesis of dye is described below.

Synthesis of dye. Thermometer, condenser and dropping funnel were placed at the necks of a three necked flask, as shown in figure 1. Then the solution of the cyclohexane monocarboxylic acid (Sigma Aldrich) in 10% (v) diethyl ether (Tekkim), which is calculated stoichiometrically, was put into the flask and the solution of 10% (v) NaOH (Merck) was put into the dropping funnel. The temperature was raised to 40–45°C by running the magnetic stirrer and the solution was stirred while dropping NaOH from dropping funnel for 60 minutes. The pH of the medium was adjusted between 7 and 8. Afterwards calculated amount of 10% (v) solution of CuSO₄·5H₂O (Tekkim) was added to this mixture. The heater was turned on, the dropping funnel was opened and the mixture was stirred by running electromagnetic stirrer (Hot-Plate 300°C 15 cm circular M15 type) at room temperature for 1 hour, then solution was held for 24 hours. The solution obtained was put into the extraction flask and liquid phase was separated from the organic phase. After removal of solvent from the organic phase, copper cyclohexane monocarboxylate compound was obtained.

After the dye was synthesized, the chemical structure was analyzed with spectrophotometric methods (IR, NMR and ESR). IR spectrums were taken by using KBr table with Shimatsu IR-470 Infrared Spectrophotometer. To determine the ¹H NMR spectrums, Varian brand 300 MHz type was used. ESR spectrums were performed on pulverized materials by using Bruker X band EMX-Model Electron Spin Resonance Spectrometer (microwave frequency – 9.78 GHz, microwave power – 20 mW, modulation width 10 Gauss, modulation frequency – 100 Hz). Experimental data were determined by computer analysis with a model suitable for different ESR parameters.

Investigation of the usability of copper cyclohexane monocarboxylate (copper naphthenate) as a dye on textile

Determination of the optimum dissolution conditions for synthesized dye

In order to use a dye for coloring of textile fibers, a solution or a dispersion of the dye should be prepared. Furthermore, in case of the water solubility of the dye, to determine the maximum intensity of the dye that can be carried out, the upper limit of solubility (maximum solubility) also is needed to be known. Thus, in order to determine the optimum dissolution conditions for the synthesized dye in this study, were prepared solutions:

- with 5 different dispersing agent concentrations (0.5 – 1 – 1.5 – 2.0 – 2.5 g/L);
- at 5 different pH values (1 – 4 – 7 – 10 – 13);
- with 5 different dye concentrations (2 – 4 – 6 – 8 – 10 g/L).

These solutions were stirred for 30 minutes at 100°C on magnetic plate heater (Thermo Scientific Orion 3 STAR pH meter). Also, in order to observe whether ultrasonic energy has positive effect on the solubility of the dye, the solutions were prepared by stirring for

30 minutes at 50–55°C in ultrasonic bath (Elmasonic E 30 H).

Firstly solutions were prepared with 5 different dispersing agent concentrations (DENPOL HT – Denge Kimya) at pH 7, with 6 g/L dye concentration. After determination of optimum dispersing agent concentration, solutions were prepared at 5 different pH values, with 1 g/L dispersing agent concentration at 6 g/L dye concentration. After determination of optimum pH, dye solutions were prepared at 5 different dye concentrations. Then absorbance values of all solutions were measured at maximum absorbance wavelength (nm) with Jenway type spectral photometer, also photographs of prepared solutions were taken. Furthermore amounts of dissolved residue were determined with filtration.

Investigation of the usability of synthesized dye in dyeing of various fibers

In order to determine the synthesized copper naphthenate compound can be used for which type of fiber, dyeing processes were carried out for 5 different fibers at 3 different pH values (5 – 7 – 9), at a liquor ratio of 1:20 with dispersing agent (1 g/L), at 2 g/L dye concentration. Dyeing liquors were prepared in ultrasonic bath, and then dyeing procedures were performed on Thermal HT Dyeing Machine. The most common natural and synthetic fibers in textile are cotton, wool, polyester, polyamide and polyacrylonitrile. For that reason experiments were performed on these 5 fibers. The dyeing profiles for wool are given in figure 2.

In preliminary tests, the best results were obtained with wool fibers at pH 7. No color was obtained or dyeing was uneven with other fibers. Since fastness is very important and must be at a sufficient level in textile dyeing, washing fastnesses of dyed samples were performed on James H. Heal 815 20 L Gyro-wash according to ISO 150 C06 standard, water fastnesses of the samples were performed according to ISO 105 E01 standard, acidic and basic perspiration fastnesses of the samples were performed on Prowhite Perspiration Fastness Device according to ISO 105 E04 standard, dry and wet rubbing fastnesses of the samples were performed on Prowhite Manual Crockmeter Device according to ISO 105 X 12 standard, and light fastnesses of the samples were performed according to 105 – B02:2001 ISO 150 C06 standard.

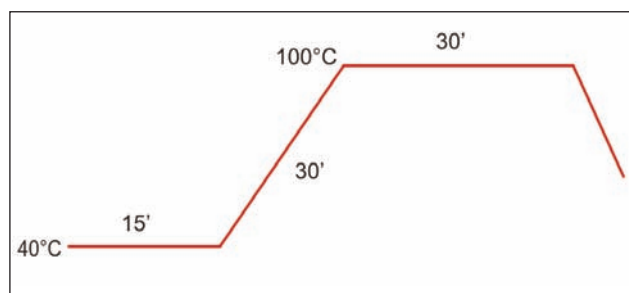


Fig. 2. The dyeing profile for wool

A lack of harmful effects of the dye on human health is important as well as fastness properties. Therefore, to determine allergic effect of dye, allergy test were performed to dyed samples with high performance liquid chromatography & mass spectroscopy according to IHTM AL.2.090 & AL.2.178 DIN 54231 standard and to determine carcinogenic effect of dye, carcinogenic test were performed to dyeing samples on high performance liquid chromatography device according to IHTM AL.2.091 DIN 54231 standard by service procurement from Intertek Testing Service.

RESULTS AND DISCUSSIONS

Results related to the characterization of copper cyclohexane monocarboxylate (copper naphthenate) compound

IR, NMR and ESR spectrums of copper cyclohexane monocarboxylate compound are given in figure 3, 4 and 5, respectively.

When the figure 3 is examined, in the structure of were discovered synthesized dye:

- carboxyl acid salt from peaks at 1421 ve 1594 cm^{-1} ;
- carbonyl group from peak at 1725 cm^{-1} ;
- aliphatic alkane groups ($-\text{CH}$, $-\text{CH}_2$, $-\text{CH}_3$) from peaks at 2 941 ve 2 876 cm^{-1} .

Methylene proton of 1.88–1.96 ppm cyclohexane ring (multiplet, m), methyl proton of 2.02 ppm cyclohexane ring (multiplet,) were observed in figure 4. Also according to the results of ESR analysis given in figure 5, it was discovered that free radicals exist in the obtained compound.

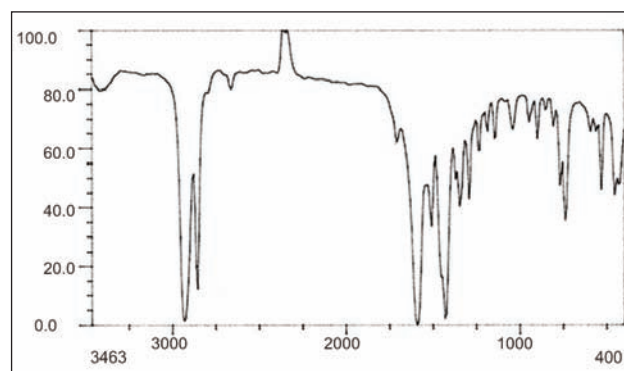


Fig. 3. IR spectrum of copper cyclohexane monocarboxylate compound

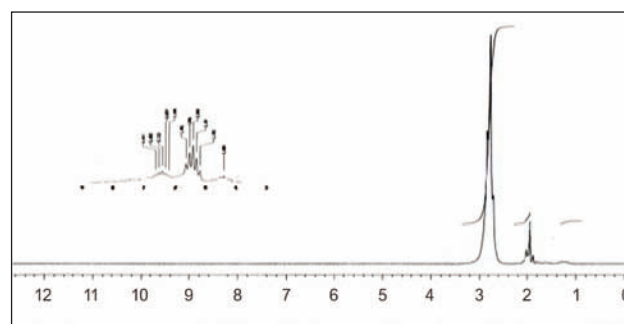


Fig. 4. NMR spectrum of copper cyclohexane monocarboxylate compound

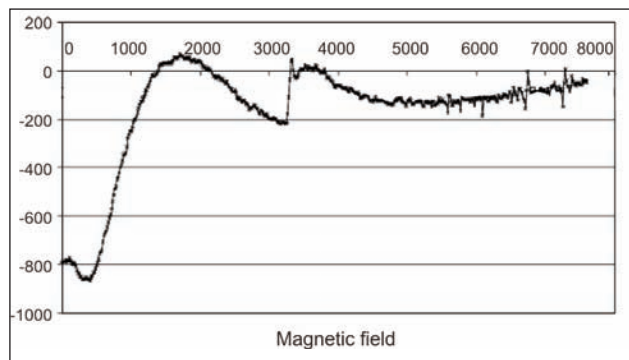


Fig. 5. ESR spectrum of copper cyclohexane monocarboxylate compound

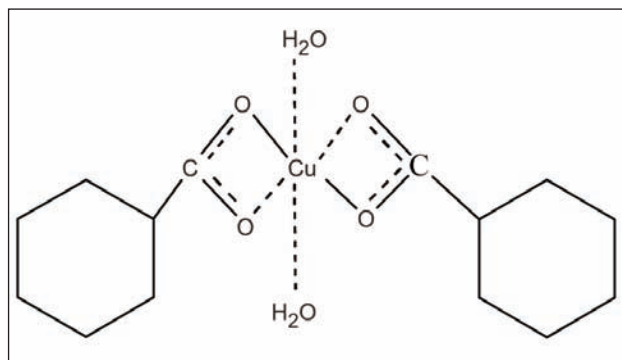


Fig. 6. Molecular structure of copper naphthenate dye

Results related to the investigation of the usability of copper cyclohexane monocarboxylate (copper naphthenate) as a dye on textile

Results related to the determination of the optimum dissolution conditions for synthesized dye

Effect of dispersing agent

As a result of the preliminary tests, it was determined that dye was not soluble directly in aqueous medium, but dissolved in organic solvents (such as benzyl alcohol). By taking into consideration the molecular structure of dye that is given in figure 6, it is expected for the compound to have limited solubility in water, due to the fact that it does not contain groups such as sulpho ($-\text{SO}_3^-$) which provides solubility.

Production in organic solvent medium would cause problem in textile dyeing process in terms of ecological criteria. Therefore using possibility of aforementioned dye which dispersed in aqueous medium was investigated. For that purpose, solutions of synthesized dye were prepared with 5 different dispersing agent concentration with and without ultrasound at 6 g/l concentration and at pH 7, and then colors of these solutions were compared visually. The main important case is dye solutions, which were prepared with ultrasound, was more homogeneous and their colors were more saturated. As mentioned in the literature, dye molecules tend to aggregate in solution. This tendency increases with the increase in the molecular weight of the dye molecules, but decreases with increasing temperature. Ultrasound energy causes dye aggregates become monomolecular by decomposition [9]. This leads to high solubility of dye

in the presence of ultrasound. To determine the optimum concentration for dispersing agent, firstly it should be determined whether undissolved dye remained, thus filtration process was performed. To observe whether undissolved dye remained, solutions were prepared in medium with and without ultrasound, were passed through filtration sheets, afterwards photographs of the filtration sheets were taken and the results are given in figure 7 and figure 8. When figures 7 and 8 are examined, it can be seen that some of dye remains undissolved with all dispersing agent concentrations in dye solutions which were prepared in the absence of ultrasound. In spite of that there is no solubility problem even with 0.5 g/L dispersing agent concentration in solutions which were prepared in the presence of ultrasound. However, especially in dark shades it can be said that usage of 1 g/L dispersing agent, as a safety factor, is suitable to avoid any problems.

Effect of pH

In order to determine the best solubility of the synthesized dye in water in which type of medium (acidic, neutral, basic), dye solutions were prepared at 5 different pH values in the presence and absence of ultrasound, at 6 g/L dye concentration containing 1 g/L dispersing agent and colors of the solutions were evaluated visually. As a result of the evaluations, it was found that the color of the dye changed in strong acidic (pH 1) or in strong basic (pH 13) medium both in mediums with or without ultrasound. There is not a significant difference in terms of the dye solubility between pH 4, 7, and 10. It shows that

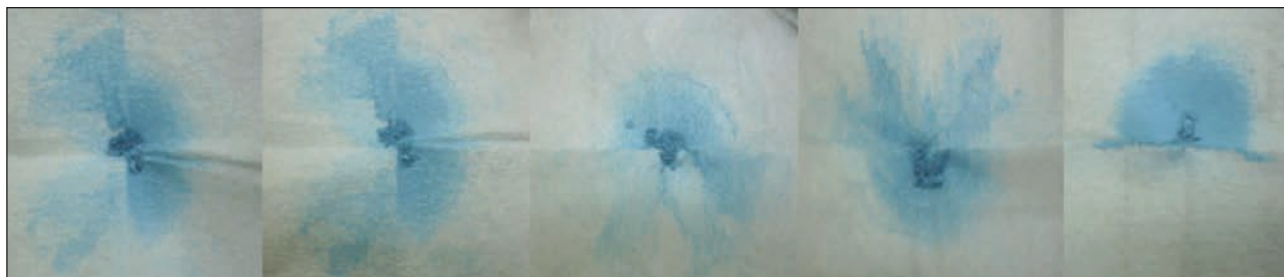


Fig. 7. Images of filtration sheets of dye solutions prepared medium without ultrasound with 5 different dispersing agent concentrations (0.5–1–1.5–2–2.5 g/L) at 6 g/L dye concentration and at pH 7

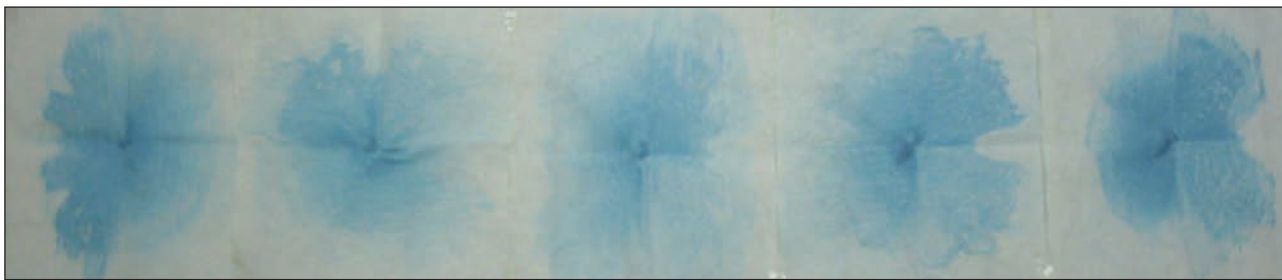


Fig. 8. Images of filtration sheets of dye solutions prepared in ultrasound medium with 5 different dispersing agent concentrations (0.5–1–1.5–2–2.5 g/L) at 6 g/L dye concentration and at pH 7



Fig. 9. Images of filtration sheets of dye solutions prepared in medium without ultrasound at 5 different pH (pH 1–4–7–10–13) at 6 g/L dye concentration with 1 g/L dispersing agent



Fig. 10. Images of filtration sheets of dye solutions prepared in medium with ultrasound at 5 different pH (pH 1–4–7–10–13) at 6 g/L dye concentration with 1 g/L dispersing agent

the copper naphthenate compound can be used in dyeing both acidic and basic environment depending on the fiber type. It can be said that, pH 7 is the optimum solubility pH for the aforementioned dye, due to non-requirement of pH adjustment for which chemical (acid or base) is needed to be used. To observe whether undissolved dye remained, solutions prepared in mediums with and without ultrasound, were passed through filtration sheets, afterwards photographs of the filtration sheets were taken. Results are given in figure 9 and figure 10.

When figures 9 and 10 are examined, it can be seen that some of dye remained undissolved in dye solutions which were prepared in the absence of ultrasound at all pH values, except pH 1, in spite of that there is not solubility problem in solutions which were prepared in the presence of ultrasound, except pH 13. The results show that, copper naphthenate compound should be dissolved in ultrasonic bath, in order to use it in textile dyeing.

Effect of dye concentration

In order to determine the maximum solubility of the synthesized dye in water, solutions were prepared at

five different concentrations in the presence and absence of ultrasound at pH 7 with 1 g/L dispersing agent and the colors of the solutions were evaluated visually. As determined with the evaluation of previous parameters, the dye solutions, which were prepared with ultrasound, are more homogeneous and their colors are more saturated. Similarly, in this experimental group, to observe whether undissolved dye remained, solutions prepared in the presence and absence of ultrasound, were passed through filtration sheets, afterwards photographs of the filtration sheets were taken. Results are given in figure 11 and figure 12.

When figure 11 and figure 12 are examined, it can be seen that some of dye remains undissolved in dye solutions prepared in the absence of ultrasound at all concentration values except 2 g/L, in spite of that there is not solubility problem in solutions prepared in the presence of ultrasound even in 10 g/L dye concentration. These results show that, copper naphthenate compound should be dissolved in ultrasonic bath to use in textile dyeing or can be used in dyeing which does not exceed 2 g/L concentration. Due to

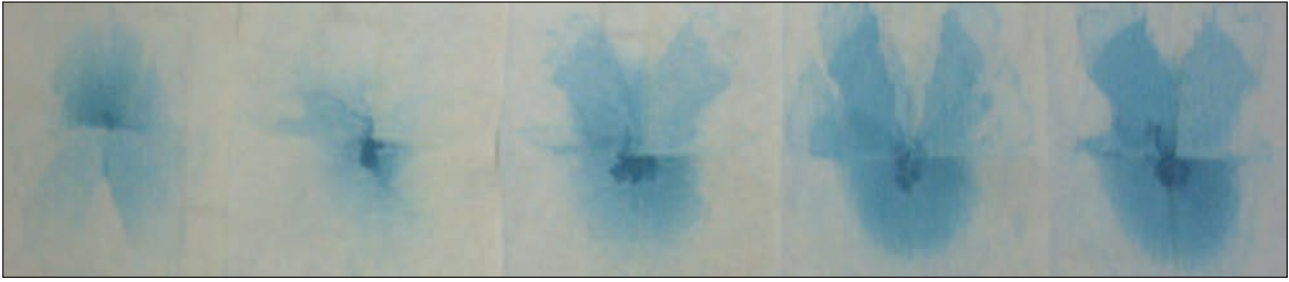


Fig. 11. Images of filtration sheets of dye solutions prepared in medium without ultrasound at 5 different concentrations (2–4–6–8–10 g/L) at pH 7 with 1 g/L dispersing agent



Fig. 12. Images of filtration sheets of dye solutions prepared in medium with ultrasound at 5 different dye concentrations (2–4–6–8–10 g/L) at pH 7 with 1 g/L dispersing agent

the fact that the best solubility is achieved in the presence of ultrasound, concentration/absorbance graph of solutions of copper naphthenate compound which were prepared in the presence of ultrasound is given in figure 13.

As can be seen from figure 13, concentration/absorbance graph of dye solutions which were prepared in the presence of ultrasound, is linear. It shows that, a homogeneous solution of dye can be prepared even at 10 g/L concentration. Because, otherwise the obtained absorbance value would not be higher than 8 g/L concentration, if solution was not homogeneous (in other words all dye did not dissolve or dispersed).

Results related to the usability of synthesized dye in dyeing of wool fibers

Color of dyed wool fabric can be seen in figure 14. From figure 14, it can be seen that, the color of khaki is obtained in wool with copper naphthenate dye. The

results of washing, water and perspiration (acidic and basic) fastnesses of dyed sample are given in table 1 and the results of dry and wet rubbing fastnesses and light fastnesses are given in table 2.

When molecular structure of copper naphthenate dye is considered, it can be seen that the copper atom, whose coordination number is 4, forms two bonds with dye molecule and has got opportunity to form two more bonds. These bonds will be formed with water molecules in aqueous medium. In case of the presence of wool fiber in the environment, it can be binded to the free amino groups of wool fiber with coordinate bonds (fig. 15). By taking into consideration that the most robust bond between textile dye and fibers is coordinate bond, the obtained high wet fastness values could be well understood.

As mentioned previously, in order to determine carcinogenic and/or allergic effect of dye, tests were carried out. According to allergic test, it can be said that dye does not produce any allergic reaction to the skin, since the obtained value is below the lowest measurable value, 3 ppm. According to carcinogenic test, it can be said that copper naphthenate dye does not

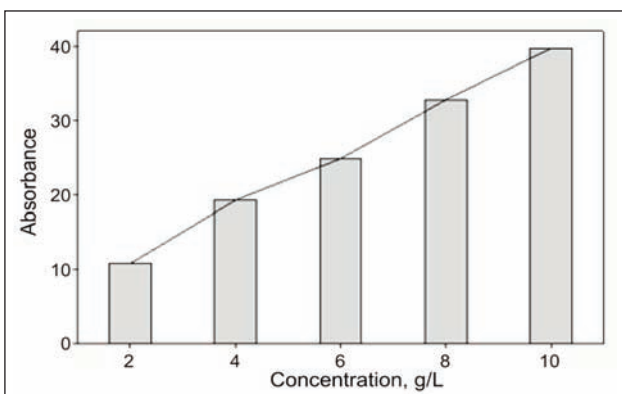


Fig. 13. Absorbance values of dye solutions prepared in ultrasonic medium with 5 different concentrations (2–4–6–8–10 g/L) at pH 7 with 1 g/L dispersing agent (2–4–6–8–10 g/L)



Fig. 14. Wool fabric dyed with copper naphthenate compound

Table 1

RESULTS OF WASHING, WATER AND PERSPIRATION (ACIDIC AND BASIC) FASTNESSES						
Properties	Wo	PAC	PES	PA	Co	CA
Washing fastness	5	5	5	5	5	5
Water fastness	5	5	5	5	5	5
Acidic perspiration fastness	5	5	5	5	5	5
Basic perspiration fastness	5	5	5	5	5	5

produce any carcinogenic effect, since the obtained value is below the lowest measurable value, 2 ppm.

CONCLUSIONS

In this study, it was determined that copper naphthenate dye does not dissolve in aqueous medium and in order to prepare its homogeneous solution dispersing agent should be used. Optimum conditions for dissolving copper naphthenate dye were determined as pH 7 and 1 g/L dispersing agent usage. Furthermore, it was observed that in all circumstances the solutions of copper naphthenate dye which were prepared in the presence of ultrasound, were more homogeneous and the color of the solution was more saturated.

As a result of dyeing trials of copper naphthenate dye with various types of fibres (cotton, wool, polyester, polyamide and polyacrilonitrile), it was seen that the

Table 2

RESULTS OF DRY AND WET RUBBING AND LIGHT FASTNESSES		
Rubbing fastness		Light fastness
Dry	Wet	
5	5	5

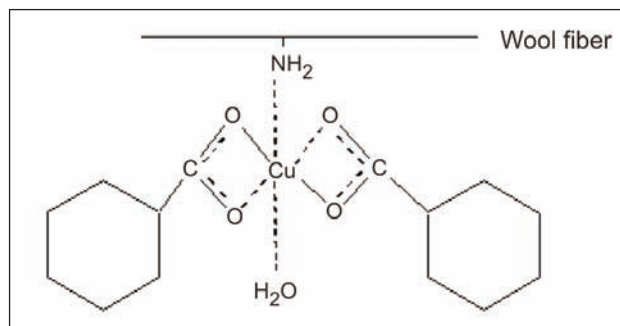


Fig. 15. Possible binding mechanism of copper naphthenate dye to wool fiber

best results were obtained with wool fiber at pH 7; no color was obtained or dyeing was uneven with other fibers. Color of khaki was obtained with copper naphthenate dye on wool fibers and wet fastnesses of dyeing were perfect and light fastness was moderate. As a result of tests carried out to determine allergic or carcinogenic effect of dye, neither allergic nor carcinogenic effects were seen.

According to the results obtained from this study, it can be concluded that copper naphthenate compound could be used in dyeing of wool fiber.

BIBLIOGRAPHY

- [1] Ghodbane, H., Hamdaoui, O. *Degradation of Acid Blue 25 in aqueous media using 1700 kHz ultrasonic irradiation: ultrasound/Fe(II) and ultrasound/H₂O₂ combinations*. In: Ultrasonics Sonochemistry, 2009, vol. 16, issue 5, p. 593
- [2] Mehrdad, A., Hashemzadeh, R. *Ultrasonic degradation of Rhodamine B in the presence of Hydrogen peroxide and some metal oxide*. In: Ultrasonics Sonochemistry, 2010, vol. 17, issue 1, p. 168
- [3] Abdullayev, A. M. *Nikel, mangan ve bakır naftenatlarının sentezi ve araştırılması*, 1. Doktora aday tezi, Bakü, 1967
- [4] Abdullayev, A. M., Altun, Ö., Türkyılmaz, M. *Karboksilli asitlerin ve karboksilatların sentezi, özellikleri ve uygulama alanlarının incelenmesi*. Trakya üniversitesi bilimsel araştırma dergisi, 2002, p. 39
- [5] Eyhler, H. *Doğayı tetkik eden kamu kurumu bülteni*, Moskova, 1974
- [6] Niyazov, A. N. *Naftenik asitler*. Ashabad İzd., 1969
- [7] Mutuk, M. R. *Petrol rafineri sahasında amerikan organik büyük endüstrisinin modern esaslarını teşkil edecek mahiyette yeni usuller*, 2010
- [8] Yıldız, A., Abdullayev, Şabudak, T. *Bazı ağır metallerle siklo heksan karboksilat ve abietat sentezi ve özelliklerinin incelenmesi*. Doktora Tezi, 2007
- [9] Vajnhandl, S., Le Marechal, A. M. *Ultrasound in textile dyeing and the decolouration/ mineralization of textile dyes*. In: Dyes and Pigments, 2005, vol. 65, issue 2, p. 89

Authors:

AYLİN YILDIZ
RIZA ATAV
MERVE ÖZTAŞ
A. ÖZGÜR AĞIRGAN
Z. EVRİM KANAT

Namık Kemal University, Textile Engineering Department, Çorlu – Turkey

Prosthetic materials and host response to prosthetic material implantation in surgical cure of inguinal hernias and other parietal defects

A. R. STOIAN
M. POPESCU

V. STRĂMBU
G. ONOSE
V. T. GRIGOREAN

REZUMAT – ABSTRACT

Materiale protetice și răspunsul organismului gazdă la implantarea acestora în tratamentul chirurgical al herniilor inghinale și al altor defecte parietale

Herniile peretelui abdominal se situează printre problemele chirurgicale cel mai des întâlnite, fiind descrise, până în prezent, peste 200 de tehnici de tratament chirurgical. Primele tehnici, erau bazate, în principal, pe reconstrucția peretelui abdominal, însă – la jumătatea secolului trecut – au fost dezvoltate tehnici noi, bazate pe materiale protetice. Deoarece răspunsul organismului gazdă depinde de tipul materialului protetic folosit, în prezent există diverse materiale protetice, fiecare având caracteristici biofizice specifice. În lucrare sunt prezentate proprietățile generale ale materialelor protetice și răspunsul biologic al organismului gazdă după implantarea acestora, în funcție de materialul selectat, adecvat tipului de intervenție chirurgicală. Materialele protetice implantabile chirurgicale, numite și biomateriale, sunt structuri care pot fi folosite pentru a înlocui și/sau pentru a interacționa cu țesuturile vii, fără a le leza. În multe cazuri, rolul lor este să înlocuiască părți anatomice ireversibil afectate și/sau să contribuie la consolidarea unor părți ale structurilor biologice suport slăbite cronic, fără a fi respinse. Astfel, mai ales biomaterialele moderne ar trebui să poată acționa în sinergie cu procesele biologice naturale – cum ar fi efectele de vindecare a rănilor, prin inducerea unor răspunsuri celulare adecvate, și să contracareze unele procese fiziologice, cum ar fi reacția xenotransplantului sau acțiunea factorilor de creștere ce favorizează formarea cicatricilor.

Cuvinte-cheie: materiale protetice implantabile, proprietăți, reconstrucția peretelui abdominal, tratament chirurgical

Prosthetic materials and host response to prosthetic material implantation in surgical cure of inguinal hernias and other parietal defects

Abdominal wall hernias are among the most common surgical problems, until now being described over 200 surgical curative techniques. The first operative techniques, were based mainly on anatomical reconstruction of the abdominal wall, but at half past century new techniques started to be developed, using prosthetic materials. Because the host response varied with the use of prosthetic materials today a variety of materials can be found, each with specific bio-physical characteristics. Through this article we want to present the general properties of prosthetic materials and biological response of the host after implantation them to the appropriate choice at surgery. Surgically implantable prosthetic materials, also called biomaterials, are structures that can be used to replace and/or harmless interact with living tissues. In many cases they are meant to substitute some irreversibly damaged anatomical parts and/ or to contribute in consolidating chronic week parts of biological support structures, without being rejected. Hence, especially modern biomaterials should be able to both, achieve synergistic actions with natural biological processes - such as wound healing effects, by inducing related/ appropriate cellular responses dedicated, to this purpose and thereby not present under normal conditions - and respectively, to counteract physiological processes, such as the immune rejection of xenotransplants or the actions of growth factors favouring scar formation.

Key-words: implantable prosthetic materials, properties, abdominal wall reconstruction, surgical treatment

BIOLOGICAL RESPONSE TO PROSTHETIC MATERIALS IMPLANTING

To assess morphological events specific to integration of prosthetic materials it is important to understand the mechanisms of host response. Implantation of these materials requires surgery, which initiates a response from the host and activate specific mechanisms to maintain homeostasis of the environment. The events that follow each prosthetic implant material are:

- acute inflammatory response;
- chronic inflammatory response;

- foreign body reaction with granulation tissue formation;
- fibrosis.

Immediately after implantation, prosthetic materials have the ability to absorb serum and inflammatory proteins such as albumin, fibrinogen, plasminogen, complement and immunoglobulins, which form a curd, which adheres platelets. The latter issued a series of chemottractants mediators that attract other platelets further, and polymorphonuclear cells (PMN), fibroblasts, macrophages and smooth muscle cells. In turn, PMN cells and macrophages also attract

fibroblasts, and after activation released proteases that destroy foreign material [1 – 4].

The ensemble of this host-driven reaction, that develops in response to the implantation of almost all prosthetic/bio-materials, is called by several authors in the domain, “foreign body reaction” (FBR) and is considered a real hallmark of such an immune-mediated reaction; it is based on the formation of foreign body giant cells (FBGC): derived from blood-borne monocytes, in response to the release of local chemotactic signals, they are recruited to the related surgery site, where their seemingly key cells – macrophages – undergo fusion and form multinucleated giant cells (characteristic of granulomatous inflammation, which form around exogenous material in the skin – very resembling to Langhans giant cells, but FBGC are more abundant in chromatin, with nuclei, irregularly diffused in the cytoplasm) that thereby attack and possibly damage the implants’ surfaces – which may result even in the implant failure. Moreover, macrophages – especially by their close relation with collagen-producing myofibroblasts – are implicated strongly implicated (including) in the development of fibrosis, by providing profibrotic signals/mediators (including transforming growth factor-beta1 and platelet-derived growth factor) to fibroblasts, by secreting chemokines that recruit fibroblasts and other inflammatory cells and also by controlling extracellular matrix turnover through the balance regulation of some matrix metalloproteinases (and respectively, tissue inhibitors of matrix metalloproteinases, too). Additionally/ consequently, it is to be underlined (as a consequence of their complex morph-functional and integrated regulation, but also regulatory abilities – and with important implications regarding the actual possibilities to modulate the FBR and thus to reduce its detrimental consequences upon the surgically implanted prosthetic/ bio-materials) the macrophages’ capacity to act both: pro- and anti-fibrosis, as well. Hence, FBR can be counteracted, thereby preventing rejection and damage of implants, by using some important molecular agents, such as hydrophilic and anionic substrates – that proved, in vivo, to limit monocyte adhesion and macrophage fusion into FBGC and also to induce adherent-macrophage apoptosis – and also by targeting/blocking key immune molecules (possibly including, directly or indirectly, FBGC), such as a monocyte chemoattractant molecule, called CC chemokine ligand (CCL)-2 [old: (MCP)-1], that is thought to recruit precursors of the foreign body giant cells (FBGC).

The presence of prosthetic material in the wound produces depositing of necrotic debris, bacteria, which will maintain a prolonged inflammatory response. Subsequently macrophages will populate the area for phagocytosing non-self material and necrotic debris. Ultimately these cells remain sequestered in the network of prosthetic material for an indefinite period [1–4].

Fibroblasts and smooth muscle cells, secrete a number of fibrillar monomeric proteins, which will be formed by polymerization of type III helicoidal colla-

gen, which will be deposited in the extracellular space. Then helicoidal collagen fibres undergo a process of cross-linkage, by which type III collagen (immature) is transformed into collagen type I (mature). The result is a gradual increase during 6 months of resistance of these fibres, resulting in less elastic tissue, but tougher than the original. For this reason, resistance to permanent prosthetic material is important for long-term success of healing hernia [5 – 8]. Protein adsorption on polymer surface plays an important role not only in the initiation and development of foreign body reaction, but also in the process of tissue regeneration. Secondary to adsorption, proteins undergo a process of conformational change, producing a series of local reactions, starting inflammatory tissue response. Thus, structural modification of proteins, can produce favourable ground for prosthesis activation, leading to their degradation, and on the other hand, may suffer immunogenic change, leading to formation of antibodies and immune complexes. The latter can lead to activation of complement system, with release of chemotactic activated products (C3b, C5a), which contributes to the accumulation of phagocytes at the site of implantation and the release of lysosomal enzymes, oxygen free radicals and IL-1. The emergence of alterations of the amplitude and duration in these stages can significantly alter the morphological characteristics of the host response and can permanently compromise the acceptance of the implant material [1–10].

MATERIALS USED IN HERNIA SURGERY

To be used for surgical cure of hernias, a prosthetic material must have the following qualities:

- be easily produced, be able to sterilize it and not easily allow contamination;
- have enough resistance so as not to cause recurrence or functional restrictions post implanting;
- be biochemically inert so as not to change their physical qualities upon contact with tissue fluids and the host response to implantation should be favourable;
- easy to handle during surgery and not to restrict access to a future surgical act.

All materials presented at this time produce long-term foreign body reaction, which produces an impact on the host, depending on material density. Currently, it is not known a certain optimum density of any synthetic material, but the existing studies correlating clinical data, it was concluded that the density of materials must be between 28–90 g/m², to reduce recurrences and adverse foreign body reactions [11–17].

Nonabsorbable synthetic materials

Currently, the most commonly used prosthetic materials are nonabsorbable synthetic materials each polymer type inducing biological response, which varies slightly depending on the composition or structure.

The most used material is polypropylene (PP), which has a polymer structure composed of ethylene, which

is attached to a methyl group. The resistance of the material is influenced by methyl groups distribution during polymerization, and is maximum when all groups are situated on the same side of the polymer chain. Biophysical properties of polypropylene are hydrophobic character, electrostatic neutrality and resistance to biological degradation. Thus the biological response to polypropylene material varies according to weight, size of pores and filaments, mesh architecture and inflammatory response of the host. The most commonly used polypropylene products are: Marlex, Prolene, Surgi Pro and ProLite, each found in the form of monofilament or plurifilament. To reduce the inflammatory response, but maintain the resistance advantages for alloplastic hernioplasties, we chose a material with a lighter and more pores, producing a more uniform scarring. Due to these characteristics, polypropylene was and still is applied with great success in alloplastic hernia repair procedures [12, 15, 16, 18, 19].

The intensity of host response proved to be closely related to density and cover of prosthetic material. The biological response begins with adhesion of inflammatory proteins to polypropylene, which then determines a cascade causing scarring. Instead, the formation of a small and dense scarring can lead to chronic pain and local discomfort. A contraindication to the use of polypropylene, is direct contact with abdominal viscera, which can cause intestinal obstruction complications or even fistulas. For this purpose, pieces of polypropylene used in laparoscopic surgery of inguinal hernias are provided with a physical or chemical barrier on the visceral side to prevent adhesions formation [13, 14, 17, 20–22].

Polyester (polyethylene terephthalate – PET) is the product of reaction between terephthalic acid and ethylene glycol, having hydrophilic properties, thus attracting proteins and water. The main products based on PET are Parietex and Mersilene. Inflammatory response produced in contact with PET is a massive attraction of macrophages, but also neutrophils and is strongly influenced by the amount of protein adsorbed [20, 23].

Polytetrafluoroethylene (PTFE) is known also as the Gore Tex and has the property of being compatible with the abdominal viscera, in the sense that does not cause the complications given by polypropylene. Therefore the material is used in TAPP procedure (trans abdominal preperitoneal) of laparoscopic plasty of inguinal hernia [20, 23].

Coated nonabsorbable prosthetic materials

These materials have emerged from a desire to alleviate the host's inflammatory response to prosthetic material, but with keeping specific biophysical qualities. These materials have been synthesized for ventral hernia surgical cure in which the abdominal viscera are directly exposed prosthetic material. Thus appeared materials with an absorbable coating over polypropylene or polyester material, which have a potential role in reducing chronic pain and recurrence, because of their property to shrink. The coat-

ing found with these materials, reduces proteins adhesion, partially inhibits the initiation of inflammatory reactions cascade, which diminishes the intensity of the inflammatory response. So they can also be successfully used in TAPP laparoscopic technique Tapp [12–16, 24, 30].

Protective coatings may have different compositions, most of them being made from organic substances. One of these is C-Qur mesh a materials made from polypropylene with average weight (50–80 g/m²), equipped with an absorbable coating made of ω 3 fatty acid, which get absorbed 70% in about 120 days and is completely deproteinized to avoid the inflammatory response. Another material, Gluco mesh is made of medium weight polypropylene (50 g/m²), covered with a β glycans complex derived from oat. In many studies it was shown that, regardless of the surgical techniques used (laparoscopic or open), this material significantly reduces pain and discomfort after surgery complications. Ti-mesh is a polypropylene material covered with a coating of titanium with density \sim 16 g/m², which is found to have increased resistance compared to simple polypropylene material, but there is no difference in the intensity of the inflammatory response between it and a simple material [25–27].

Partially absorbable materials

These materials are a combination of nonabsorbable polymers as prolene and absorbable polymers as poliglicanii, which are able to reduce the density of the polymer, while maintaining the intraoperative handling properties and resistance over time. Biocompatibility of this material is very good, having only a very slight tendency to decrease response to inflammatory activity, but without affecting the strength and elasticity afforded by the large pores of the structure. Thus, this feature makes the partially absorbable material to adapt well for use in surgical cure of hernias. In many comparative studies to simple polypropylene materials, the properties of these materials were highlighted, reducing significantly the values of inflammation markers, which will further reduce the extent of scarring [28–29].

Biological materials

Initial use of biological materials was for hernia complications that cause contamination, being limited only to repair incarcerated inguinal hernias associated with tissue necrosis and infection.

The basic principle of biological materials is to be a native cell matrix, which will then generate a tissue replacement for tissue hernia defect. The main disadvantage of these materials is low resistance, 70–80% of the body aponeurotic tissue, reported also to a price considerably increased compared to synthetic materials, polypropylene or polyethylene. Given these considerations it is considered that biological prosthetic materials can have a significantly higher risk of recurrence than synthetic materials. Because of these disadvantages, biological materials are not yet routinely used in surgical cure of hernia,

but there are studies currently performed to develop this technology [15–16, 30–33].

MATERIALS AND METHODS

A control group of 15 was created formed by patients with other conditions different from those studied by us (appendicitis, peritonitis, uterine fibroids etc.), and changes in conjunctive tissue were compared to those in patients operated for inguinal hernia. To determine a standard for the control group tissue biopsies were collected from the dermis and abdominal rectus sheath [34].

Gender distribution of the control group was 7 male subjects and 7 female subjects, the ratio $B/F = 1/1$. The study group with recurrent inguinal hernias included 8 patients, 6 men and 2 women, the ratio $B/F = 3/1$, values explained not only by higher frequency of hernia pathology in men, but also by higher addressability of men in a military hospital.

Tissue harvesting was performed from dermis and/or fascia transversalis. To minimize errors in collecting, analyzing and interpreting data, collected tissues were processed in the same laboratory throughout the study, variations in values thus obtained are somewhat standardized. Also, the computer image processing sections was performed by the same person, all to reduce processing errors.

Although each case, analysis was performed by immunohistochemical staining for collagen I and separate for collagen III, samples were also stained with Sirius Red and Masson tricrom these being analyzed separately under polarized light technique. To note that these tests were performed only in the

Adobe Photoshop, TissueMap software not being calibrated for such stains and applications [35].

RESULTS OBTAINED

Results obtained by processing images with Adobe Photoshop overlapped with insignificant differences over those obtained with TissueMap software.

The proportion of type I collagen is 15.57% while type III collagen is 6.06% (the rest up to 100% being represented by other types of collagen and other tissues), i.e. collagen I/collagen III ratio is 2.5/1 (fig. 1). The results of measurements on immunohistochemical preparations in the control group are presented in table 1.

Adobe Photoshop analysis of images (fig. 2) obtained in polarized light on slides stained with Sirius Red for young collagen III (green) generated an average of 7.25% and mature collagen I (yellow) a rate of 20.15%, both results are just slightly different from

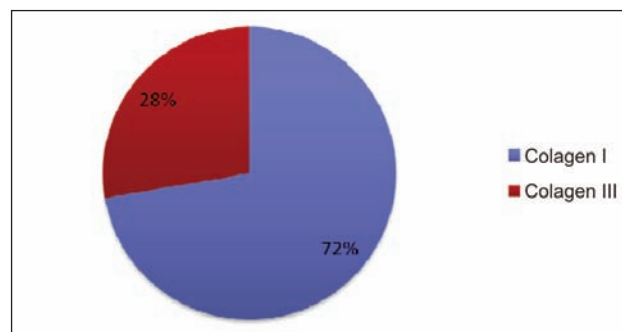


Fig. 1. Immunohistochemical determination of the proportion of collagen I and III in the control group

Table 1

THE RESULTS OF MEASUREMENTS ON IMMUNOHISTOCHEMICAL PREPARATIONS IN THE CONTROL GROUP					
Case	Pixels number		Percentage		C I/C III ratio
	Collagen I	Collagen III	Collagen I	Collagen III	
Pacient 1	869.872	236.160	18,47	6,10	3,683401084
Pacient 2	876.527	257.154	19,64	6,64	3,408568406
Pacient 3	853.468	231.782	19,04	5,99	3,682201379
Pacient 4	769.425	218.527	15,87	5,64	3,520960797
Pacient 5	724.869	215.983	14,72	5,58	3,356139141
Pacient 6	712.589	216.325	14,41	5,59	3,294066798
Pacient 7	732.658	218.356	14,92	5,64	3,355337156
Pacient 8	712.583	258.346	14,41	6,67	2,758250563
Pacient 9	715.348	235.682	14,48	6,09	3,035225431
Pacient 10	735.648	265.348	15,00	6,85	2,772389466
Pacient 11	736.486	231.548	15,02	5,98	3,180705512
Pacient 12	761.863	218.986	15,68	5,66	3,479048889
Pacient 13	729.898	215.439	14,85	5,56	3,387956684
Pacient 14	768.153	286.952	15,84	7,41	2,676939
Mean	-	-	15,808	6,06	3,246980507

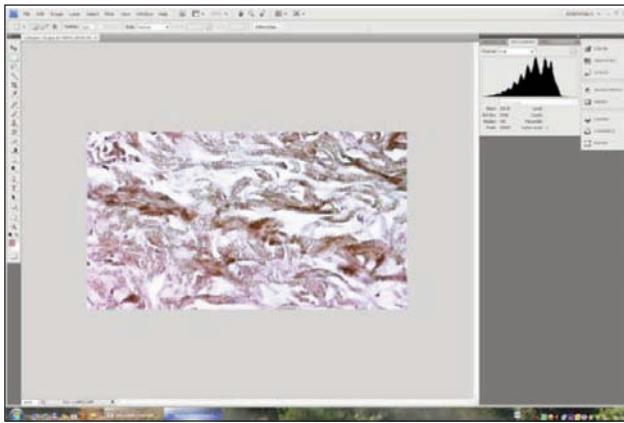


Fig. 2. Image capture from Adobe Photoshop image analysis on a normal group sample stained for collagen III

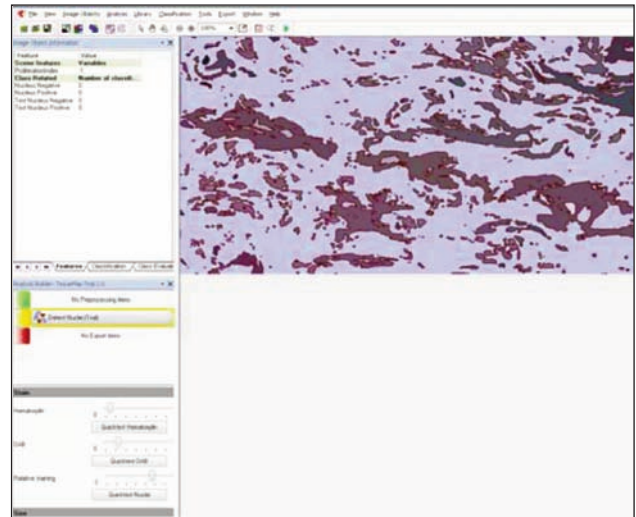


Fig. 3. Image capture from analysis in TissueMap on same sample as in previous image, stained for collagen III from direct hernia group

those obtained by immunohistochemical stain [36–37]. Image capture from analysis in TissueMap on same sample as in previous image, stained for collagen III from direct hernia group is illustrated in figure 3.

In the group of patients with indirect inguinal hernia, the proportion of type I collagen was 8.3% while type III collagen was 18.9% (the rest up to 100% being represented by other types of collagen and other tissues), i.e. collagen I/collagen III ratio is 1/2.2 (fig. 4). The results of measurements on immunohistochemical preparations in the recurrent inguinal hernias group is presented in table 2.

Adobe Photoshop analysis of images obtained in polarized light on slides stained with Sirius Red for young collagen III generated an average of 16,15% and mature collagen I a rate of 10,45%, both results are just slightly different from those obtained by immunohistochemical stain (38.39). Image capture from Adobe Photoshop image analysis on a indirect hernia group sample stained for collagen III is illustrated in figure 5.

Comparison of the data shows an inversion in the proportion of collagen types in the study group compared with controls is illustrated in figure 6.

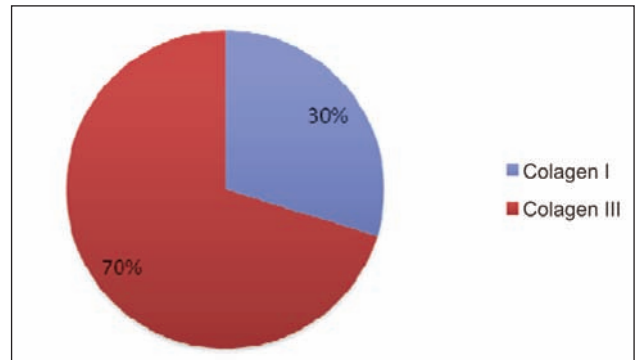


Fig. 4. The percentage of collagen I and III determined immunohistochemically in the study group

Comparison between control group and the recurrent inguinal hernias clearly shows the inversion of collagen types ratio. Thus, in recurrent hernias, the decrease in collagen I and growth of collagen III compared to normal, are highly statistically significant ($p < 0.001$).

Table 2

THE RESULTS OF MEASUREMENTS ON IMMUNOHISTOCHEMICAL PREPARATIONS IN THE RECURRENT INGHINAL HERNIAS GROUP					
Case	Pixels number		Percentage		C I/C III ratio
	Collagen I	Collagen III	Collagen I	Collagen III	
Pacient 1	317226	715500	8,197	18,48	0,44
Pacient 2	313788	804738	8,106	20,79	0,38
Pacient 3	348964	830562	9,016	21,45	0,42
Pacient 4	322881	724077	8,337	18,69	0,44
Pacient 5	330093	712656	8,526	18,42	0,46
Pacient 6	344803	709245	8,904	18,33	0,48
Pacient 7	324083	790644	8,372	20,43	0,40
Pacient 8	300927	754107	7,77	19,47	0,39
Media	-	-	8,3734	18,938	0,43

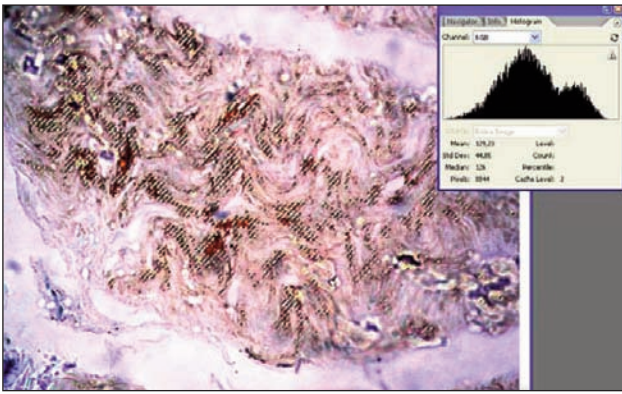


Fig. 5. Image capture from Adobe Photoshop image analysis on a indirect hernia group sample stained for collagen III

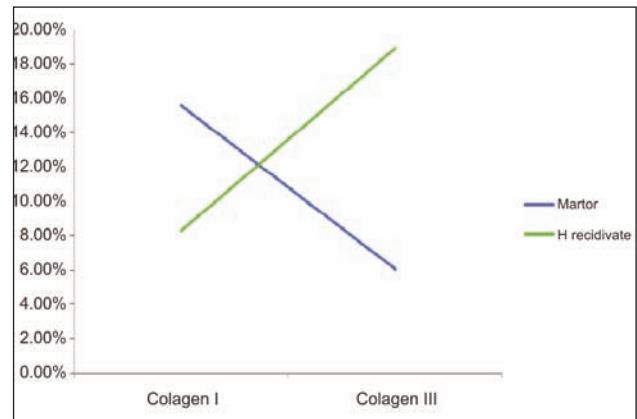


Fig. 6. Comparative analysis of lots

This radical change in the composition of collagen leads to the formation of scars with decreased mechanical resistance, which explains recurrence in this group.

CONCLUSIONS

The choice of prosthetic material should be taken considering the proprieties of the material and the context in which it is to be used. Theoretically, an ideal material should be made out of a substance that decreases the extensive inflammatory response of the host, should have a low weight, but at the same time be strong, should not undergo significant changes over time and should not be susceptible to infections. In reality, these goals are quite difficult to achieve, but depending on the type of hernia, meshes can be used made of resistant material (polypropylene or polyester), having monofilament fibres and

pores as small as possible. For laparoscopic techniques or in hernias in which abdominal organs are exposed to direct contact with the meshes, materials with protective layers may be used to reduce adhesions. Biological materials can also be used in septic situations, but their cost is significantly higher.

Differentiated computer analysis of collagen I and III in the study group with recurrent inguinal hernias, compared with normal, shows an inversion of the ratio of collagen I/III.

This inversion results in a lower resistance of scar by decrease of collagen I (more resistant). To compensate, collagen III (younger and less resistant) tries to cover this loss by increasing in amount.

Finally, it is very important how the material is implanted. Thus if a mesh is too small or is fixed under tension, complications may occur, regardless of the type of material used.

BIBLIOGRAPHY

- [1] Hubbell, J. A. *Biomaterials in tissue engineering*. In: Nature Biotechnology, issue 13, p. 565
- [2] Rosch, R., Junge, K., Schachtrupp, A., Klinge, U., Klosterhalfen, B., Schumpelick, V. *Mesh implants in hernia repair. Inflammatory cell response in a rat model*. In: Eur. Surg. Res., May-Jun. 2003, vol. 35, issue 3, p. 161
- [3] Asarias, J. R., Nguyen, P. T., Mings, J. R., Gehrich, A. P., Pierce, L. M. *Influence of mesh materials on the expression of mediators involved in wound healing*. In: Journal Invest. Surg., 2011, vol. 24, issue 2, p. 87
- [4] Pereira-Lucena, C. G., Artigiani-Neto, R., Lopes-Filho, G. J., Frazao, C. V., Goldenberg, A., Matos, D., Linhares, M. M. *Experimental study comparing meshes made of polypropylene, polypropylene + polyglactin and polypropylene + titanium: inflammatory cytokines, histological changes and morphometric analysis of collagen*. In: Hernia, 2010, vol. 14, issue 3, p. 299
- [5] Vaz, M., Krebs, R. K., Trindade, E. N., Trindade, M. R. *Fibroplasia after polypropylene mesh implantation for abdominal wall hernia repair in rats*. In: Acta Cir Bras, 2009, vol. 24, issue 1, p. 19
- [6] Junge, K., Binnebösel, M., Rosch, R., Otto, J., Kämmer, D., Schumpelick, V., Klinge, U. *Impact of proinflammatory cytokine knockout on mesh integration*. In: Journal Invest. Surg., 2009, vol. 22, issue 4, p. 256
- [7] Junge, K., Rosch, R., Anurov, M., Titkova, S., Ottinger, A., Klinge, U., Schumpelick, V. *Modification of collagen formation using supplemented mesh materials*. In: Hernia, 2006, vol. 10, issue 6, p. 492
- [8] Junge, K., Klinge, U., Rosch, R., Lynen, P., Binnebösel, M., Conze, J., Mertens, P. R., Schwab, R., Schumpelick, V. *Improved collagen type I/III ratio at the interface of gentamicin-supplemented polyvinylidene fluoride mesh materials*. In: Langenbecks Arch. Surg., 2007, vol. 392, issue 4, p. 465

- [9] Kyriakides, T. R., Foster, M. J., Keeney, G. E., Tsai, A., Giachelli, C. M., Clark-Lewis, I., Rollins, B. J., Bornstein, P. *The CC chemokine ligand, CCL2/MCP1, participates in macrophage fusion and foreign body giant cell formation*. In: Am. Journal Pathol., 2004, vol. 165, issue 6, p. 2 157
- [10] Jay, S. M., Skokos, E., Laiwalla, F., Krady, M.-M., Kyriakides, T. R. *Foreign body giant cell formation is preceded by lamellipodia formation and can be attenuated by inhibition of Rac 1 activation*. In: Am. Journal Pathol., 2007, vol. 171, issue 2, p. 632
- [11] Wynn, T. A., Barron, L. *Macrophages: master regulators of inflammation and fibrosis*. In: Semin. Liver. Dis., 2010, vol. 30, p. 245
- [12] Brodbeck, W. G., Patel, J., Voskerician, G., Christenson, E., Shive, M. S., Nakayama, Y., Matsuda, T., Ziats, N. P., Anderson, J. M. *Biomaterial adherent macrophage apoptosis is increased by hydrophilic and anionic substrates in vivo*. In: Proc. Natl. Acad. Sci. USA, 2002. vol. 99, issue 16, p. 10 287
- [13] Junge, K., Klinge, U., Klosterhalfen, B., Mertens, P. R., Rosch, R., Schachtrupp, A., Ulmer, F., Schumpelick, V. *Influence of mesh materials on collagen deposition in a rat model*. In: Journal Invest. Surg., 2002, vol. 15, issue 6, p. 319
- [14] Binnebösel, M., Klink, C. D., Otto, J., Conze, J., Jansen, P. L., Anurov, M., Schumpelick, V., Junge, K. *Impact of mesh positioning on foreign body reaction and collagenous ingrowth in a rabbit model of open incisional hernia repair*. In: Hernia, 2010, vol. 14, issue 1, p. 71
- [15] Junge, K., Binnebösel, M., von Trotha, K. T., Rosch, R., Klinge, U. P., Neumann, U., Lynen Jansen, P. *Mesh biocompatibility: effects of cellular inflammation and tissue remodelling*, Langenbecks. In: Arch. Surg., 2011; Epub. ahead of print
- [16] Luttikhuisen, D. T., Harmsen, M. C., Van Luyn, M. J. *Cellular and molecular dynamics in the foreign body reaction*. In: Tissue Eng., 2006, vol. 12, issue 7, p. 1 955
- [17] Novitsky, Y. W., Cristiano, J. A., Harrell, A. G., Newcomb, W., Norton, J. H., Kercher, K. W., Heniford, B. T. *Immunohistochemical analysis of host reaction to heavyweight-, reduced-weight-, and expanded polytetrafluoroethylene (ePTFE)-based meshes after short- and long-term intraabdominal implantations*. In: Surg. Endosc., 2008, vol. 22, issue 4, p. 1 070
- [18] de Guzman, R. C., Merrill, M. R., Richter, J. R., Hamzi, R. I., Greengauz-Roberts, O. K., Van Dyke, M. E. *Mechanical and biological properties of keratose biomaterials*. In: Biomaterials, 2011, vol. 32, issue 32, p. 8 205
- [19] Anurov, M. V., Titkova, S. M., Oettinger, A. P. *Biomechanical compatibility of surgical mesh and fascia being reinforced: dependence of experimental hernia defect repair results on anisotropic surgical mesh positioning*. In: Hernia, 2011, Sep. 10; Epub. ahead of print
- [20] Klinge, U., Klosterhalfen, B., Birkenhauer, V., Junge, K., Conze, J., Schumpelick, V. *Impact of polymer pore size on the interface scar formation in a rat model*. In: Journal of Surgical Research, 2002, vol. 103, issue 2, p. 208
- [21] Orenstein, S. B., Saberski, E. R., Kreutzer, D. L., Novitsky, Y. W. *Comparative analysis of histopathologic effects of synthetic meshes based on material, weight, and pore size in mice*. In: Journal of Surgical Research, issue 11, Oct. 2011
- [22] Campanelli, G., Catena, F., Ansaloni, L. *Prosthetic abdominal wall hernia repair in emergency surgery: from polypropylene to biological meshes*. In: World Journal Emerg. Surg., 2008, vol. 33, issue 3
- [23] Brown, C. N., Finch, J. G. *Which mesh for hernia repair?* In: Ann. R. Coll. Surg. Engl., 2010, vol. 92, p. 272
- [24] Gaertner, W. B., Bonsack, M. E., Delaney, J. P. *Visceral adhesions to hernia prostheses*. In: Hernia, 2010, vol. 14, issue 4, p. 375
- [25] Huber, A., McCabe, G. P., Boruch, A. V., Medberry, C., Honerlaw, M., Badylak, S. F. *Polypropylene-containing synthetic mesh devices in soft tissue repair: A meta-analysis*. In: Journal of Biomedical Materials Research. Part B: Applied Biomater., Jan. 2012, vol. 100, issue 1, p. 145
- [26] Schmidbauer, S., Ladurner, R., Hallfeldt, K. K., Mussack, T. *Heavy-weight versus low-weight polypropylene meshes for open sublay mesh repair of incisional hernia*. In: Eur. Journal Med. Res., 2005, vol. 10, issue 6, p. 247
- [27] Deeken, C. R., Abdo, M. S., Frisella, M. M., Matthews, B. D. *Physicomechanical evaluation of polypropylene, polyester, and polytetrafluoroethylene meshes for inguinal hernia repair*. In: Journal Am. Coll. Surg., Jan. 2011, vol. 212, issue 1, p. 68
- [28] Huber, A., Boruch, A. V., Nieponice, A., Jiang, H., Medberry, C., Badylak, S. F. *Histopathologic host response to polypropylene-based surgical mesh materials in a rat abdominal wall defect model*. In: Journal of Biomedical Materials Research. Part B: Applied Biomater., 2011 Nov 30. doi: 10.1002/jbm.b.32503; Epub. ahead of print
- [29] Pierce, L. M., Asarias, J. R., Nguyen, P. T., Mings, J. R., Gehrich, A. P. *Inflammatory cytokine and matrix metalloproteinase expression induced by collagen-coated and uncoated polypropylene meshes in a rat model*. In: Am. Journal Obstet. Gynecol., 2011, vol. 205, issue 1, p. 82
- [30] Colon, M. J., Telem, D. A., Chin, E., Weber, K., Divino, C. M., Nguyen, S. Q. *Polyester composite versus PTFE in laparoscopic ventral hernia repair*. In: JSLS, 2011, vol. 15, issue 3, p. 305
- [31] Novitsky, Y. W., Harrell, A. G., Cristiano, J. A., Paton, B. L., Norton, H. J., Peindl, R. D., Kercher, W., Heniford, B. T. *Comparative evaluation of adhesion formation, strength of ingrowth, and textile*

- properties of prosthetic meshes after long-term intra-abdominal implantation in a rabbit.* In: Journal of Surgical Research, 2007, vol. 140, issue 1, p. 6
- [32] Jenkins, E. D., Melman, L., Desai, S., Brown, S. R., Frisella, M. M., Deeken, C. R., Matthews, B. D. *Evaluation of intraperitoneal placement of absorbable and nonabsorbable barrier coated mesh secured with fibrin sealant in a New Zealand white rabbit model.* In: Surg. Endosc., 2011, vol. 25, issue 2, p. 604
- [33] Gruber-Blum, S., Petter-Puchner, A. H., Brand, J., Fortelny, R. H., Walder, N., Oehlinger, W., Koenig, F., Redl, H. *Comparison of three separate antiadhesive barriers for intraperitoneal onlay mesh hernia repair in an experimental model.* In: Br. Journal Surg., 2011, vol. 98, issue 3, p. 442
- [34] Dilege, E., Coskun, H., Gunduz, B., Sakiz, D., Mihmanli, M. *Prevention of adhesion to prosthetic mesh in incisional ventral hernias: comparison of different barriers in an experimental model.* In: Eur. Surg. Res., 2006, vol. 38, issue 3, p. 358
- [35] Schug-Pass, C., Tamme, C., Sommerer, F., Tannapfel, A., Lippert, H., Köckerling, F. *A lightweight, partially absorbable mesh (Ultrapro) for endoscopic hernia repair: experimental biocompatibility results obtained with a porcine model.* In: Surg. Endosc., 2008, vol. 22, issue 4, p. 1 100
- [36] Bellón, J. M., Rodríguez, M., García-Honduvilla, N., Pascual, G., Buján, J. *Partially absorbable meshes for hernia repair offer advantages over nonabsorbable meshes.* In: Am. Journal Surg., 2007, vol. 194, issue 1, p. 68
- [37] El-Hayek, K. M., Chand, B. *Biologic prosthetic materials for hernia repairs.* In: Journal Long. Term. Eff. Med. Implants, 2010, vol. 20, issue 2, p. 159
- [38] Petter-Puchner, A. H., Fortelny, R. H., Silic, K., Brand, J., Gruber-Blum, S., Redl, H. *Biologic hernia implants in experimental intraperitoneal onlay mesh plasty repair: the impact of proprietary collagen processing methods and fibrin sealant application on tissue integration.* In: Surg. Endosc., 2011, vol. 25, issue 10, p. 3 245
- [39] Smart, N. J., Bloor, S. *Durability of biologic implants for use in hernia repair: a review.* In: Surg. Innov. 4 Dec. 2011; Epub. ahead of print
- [40] Oelschlager, B. K., Pellegrini, C. A., Hunter, J. G., Brunt, M. L., Soper, N. J., Sheppard, B. C., Polissar, N. L., Neradilek, M. B., Mitsumori, L. M., Rohrmann, C. A., Swanstrom, L. L. *Biologic prosthesis to prevent recurrence after laparoscopic paraesophageal hernia repair: long-term follow-up from a multicenter, prospective, randomized trial.* In: Journal Am. Coll. Surg. 2011, vol. 213, issue 4, p. 461
- [41] Oprea, V., Gavrilas, F., Ghituica, A. *Considerații imuno-histochimice asupra reacției inflamatorii locale induse de materialele protetice.* In: Chirurgia, 2010, vol. 105, issue 1
- [42] Gamal, M. Dahab, Mohamed, M. Kheriza, Hussien, M. El-Beltagi, AbdelMotaal, M. Fouda, Osama, A. Sharaf El-Din. *Digital quantification of fibrosis in liver biopsy sections: Description of a new method by Photoshop software.* In: Journal of Gastroenterology and Hepatology, 2004, issue 19, p. 78
- [43] Gheban, D. *Adobe photoshop ca program de analiză de imagine în anatomie patologică.* In: Jurnalul Român de Patologie, Editura Academia Civica, 2005, vol. 8, nr. 1-2, p. 193
- [44] Gheban, D. *Adobe photoshop ca program de analiză de imagine.* In: Revista de Anatomie și Embriologie Clinică, Editura UMF Cluj, 2005, vol. 1, nr. 2

Authors:

A. R. STOIAN

V. T. GRIGOREAN

Department of General Surgery

“Bagdasar-Arseni” Emergency Clinical Hospital

“Carol Davila” University of Medicine and Pharmacy

Bucharest, Romania

M. POPESCU

Department of Neurosurgery

Pitesti District Hospital, Romania

V. STRÂMBU

Department of General Surgery

“Carol Davila” Clinical Nephrology Hospital

“Carol Davila” University of Medicine and Pharmacy

Bucharest, Romania

G. ONOSE

Department of Neural-Muscular Rehabilitation

“Bagdasar-Arseni” Emergency Clinical Hospital

“Carol Davila” University of Medicine and Pharmacy

Bucharest, Romania

Relation of transverse permeability and textile preform structure in liquid composites moulding processes

JIANG JINHUA

WANG ZEXING
CHEN NANLIANG

REZUMAT – ABSTRACT

Relația dintre structurile textile cu forme prestabilite și permeabilitatea transversală, în procesele de modelare a compozitelor lichide

În lucrare este analizată influența structurii textile preformate asupra permeabilității pe direcție transversală, în procesul de modelare a materialelor compozite lichide, folosind tehnica de monitorizare cu ultrasunete. Procesele de modelare a compozitelor lichide sunt utilizate pe scară largă la materialele compozite produse prin impregnarea cu rășină lichidă a unui preformat uscat. Rășina care curge prin acest preformat este, de obicei, descrisă prin legea lui Darcy. Pentru completarea procesului de analiză și pentru determinarea caracteristicilor materialului poros ce urmează să fie impregnat cu un fluid de tip rășină, trebuie stabilit tensorul de permeabilitate. Rășina care curge pe direcție transversală este importantă pentru producerea pieselor compozite cu grosime mare. Determinarea permeabilității pe direcție transversală a fost mai puțin investigată. În cadrul prezentului studiu, această permeabilitate a fost analizată prin metoda de monitorizare cu ultrasunete. S-a stabilit că atât structura și desimea țesăturii, cât și densitatea de lungime a firelor au o influență semnificativă asupra permeabilității pe direcție transversală și asupra comportamentului de curgere.

Cuvinte-cheie: permeabilitate transversală, preformat, metodă cu ultrasunete, modelarea compozitelor lichide

Relation of transverse permeability and textile preform structure in liquid composites moulding processes

In this paper the influence of fabric preform structure on the transverse permeability in liquid composites moulding process by ultrasound monitoring technique is investigated. Processes of the liquid composite moulding (LCM) are widely used in composites produced by impregnation of a dry preform with liquid resin. The resin flowing through the preform is usually described by Darcy's law and the permeability tensor must be obtained for filling process analysis and characterizing the ability of porous material to be impregnated by resin fluid. Resin flowing in transverse direction is important for producing thicker composite parts. However, the transverse permeability of preform has not been investigated frequently. In this works, the transverse permeability is monitored and tested by ultrasound method. The paper reveals the significant influence of the fabric structure, fabric weaving density and yarn linear density on the transverse permeability and flow behaviour.

Key-words: transverse permeability, preform, ultrasound technique, liquid composites moulding

The need for manufacturing large size or high thickness composite parts in the field of aeronautic and automobile industry is increasingly important. Processes of the liquid composite moulding (LCM) are widely used in composite industry. These processes such as resin transfer moulding (RTM) involve the injection of the liquid thermosetting resin through some layers of dry and shaped preform. However, as the viscosity of resin may increase before the part is completely filled when the resin travels long distances, and some void formation may appear and result in partial curing [1]. So the permeability of fibrous preforms is an important parameter used in flow modelling to describe the resin impregnation during the composite manufacturing process. Because most reinforcement fibre materials and textile porous preforms have some porosity in them, the permeability can be characterized the ability of porous material to be impregnated by some resin fluid. Different porous materials also show different

anisotropic as a result of different permeability tensors and flow directions. One of the key issues in LCM process for a good impregnation of resin is accurate knowledge of the flow behaviour of the resin through the reinforcement. So it is very important to find the relation of preform structure and parameters and permeability for LCM technique. This study is an attempt to link the parameters of the porous fibrous material with the flow behaviour and transverse permeability.

For manufacturing large size or high thickness composite parts and analysis the resin flow process, the transverse permeability of fibrous preforms has to be evaluated at first. Some classical methods consists of evaluating pressure/flow rate couples at a given fibre volume fraction after injecting a test fluid through the fibrous preforms. This classical technique consumes a large amount of time as a set of pressure/flow rate couples has to be determined for every fibre volume fraction of interest [2]. The classical method to evalu-

ate transverse permeability is by optical fibres [3] or smart-weaves [4]. The optical fibres or smart-weaves are inserted within the porous material to measure the flow front of the fluid flow through the thickness of the fibrous preforms.

The research in ascertaining the transverse permeability is still in the beginning because of a lack of efficient techniques available for measuring flow in thickness direction. Ballata [4] have applied a modified smart-weave set-up in an orthogonal arrangement for three-dimensional (3D) measurement of flow front movement. Similar to the smart-weaves the embedded optical sensors [3] allow an incremental determination of the flow front movement. For comparison other methods require expensive data acquisition and sensor systems [5], or optical sensors [6, 7], although the use of optical fibre sensors technology can directly monitor the tracking flow front on-line in all directions, the optical sensors are deployed inside fibres or fibre preforms [3, 8, 9]. Some references [5, 10, 11] show that the presence of sensors inside fabric preforms often leads to race-tracking and disturbance of flow. In addition the lay up of sensors is a laborious and time-consuming process. In this works, the equipment for the permeability measurement experiment consisted only of a sensitive, fast responding electronic balance and ultrasound sensors. The experiment was indirectly monitoring the tracking flow front on-line with ultrasound sensors system outside of preforms [12]. All these disadvantages were eliminated in the method offered, which was inexpensive, fast and easy to apply. The output signals were recorded by LabView program and then changed into the relationship between flow front and time to calculate the permeability and other parameters of fabric preforms.

PERMEABILITY THEORY AND MEASUREMENT

Transverse permeability theory

The permeability describes the ability of a porous material to be impregnated by a resin fluid. In RTM or VARTM process, the resin filling in preforms depends on permeability in plane or two-dimensional (2D) permeability. But for thicker components or complex structure preforms, resin also permeates in thickness direction and transverse permeability affects the three-dimensional (3D) permeability. The 3D permeability tensor is used in Darcy's law [13] to relate the flow rate to the pressure gradient. Usually the mold filling stage of the process is simulated numerically [7], [14] by applying the continuity equation and Darcy's law which for a three dimensional flow in Cartesian coordinates. The flow impregnation in the porous preform is considered a semiellipsoidal front shape. The liquid is injected at the centre through a semiellipsoidal injection port at a constant pressure P_0 , as illustrated in figure 1. The flow velocity v , according to Darcy's law [13], is given in equation (1):

$$(v) = - \frac{[K]}{\eta} \nabla P \quad (1)$$

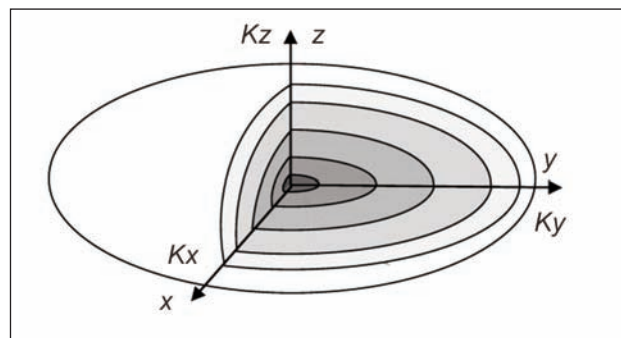


Fig. 1. The principal permeability in Cartesian coordinates

where:

$[K]$ is the anisotropic permeability tensor;

η – the resin viscosity;

∇P – the pressure gradient.

Equation for the conservation of mass is presented in equation (2):

$$\nabla \cdot (v) = 0 \quad (2)$$

In a Cartesian coordinate system the x , y and z axes are aligned with the principal axes of the permeability tensor, the above equation (2) becomes [3]:

$$K_x \frac{\partial^2 P}{\partial x^2} + K_y \frac{\partial^2 P}{\partial y^2} + K_z \frac{\partial^2 P}{\partial z^2} = 0 \quad (3)$$

where:

K_x , K_y , K_z are the main permeabilities in the x , y and z directions, respectively.

The three dimensional flow of resin inside preform can be monitored. By constructing the ellipsoidal resin flow front as a function of time from the data, it can be found the direction of the main permeabilities as well as their magnitudes. The follow (4), (5), (6) equations give the main permeabilities of the anisotropic preform [6].

$$K_x = \frac{\eta a^2 \phi}{6(P_0 - P_f)t} \left[2 \left(\frac{x_f}{a} \right)^3 - 3 \left(\frac{x_f}{a} \right)^2 + 1 \right] \quad (4)$$

$$K_y = \frac{\eta b^2 \phi}{6(P_0 - P_f)t} \left[2 \left(\frac{y_f}{b} \right)^3 - 3 \left(\frac{y_f}{b} \right)^2 + 1 \right] \quad (5)$$

$$K_z = \frac{\eta c^2 \phi}{6(P_0 - P_f)t} \left[2 \left(\frac{z_f}{c} \right)^3 - 3 \left(\frac{z_f}{c} \right)^2 + 1 \right] \quad (6)$$

where:

ϕ is the porosity;

P_f – the pressure at the flow front;

P_0 – the pressure at injection port;

t – the injection time;

x_f , y_f , z_f are the flow fronts along the x , y and z axes;

a , b , c – the radii of the semiellipsoidal injection port along the x , y and z axes, respectively.

To convert above original anisotropic media into isotropic media with reference effective permeability,

K_e , one can perform transformation of coordinate to new coordinates [7], [15] by following relation (7):

$$K_e = (K_x K_y K_z)^{1/3} \quad (7)$$

The result of these transformations is that the general problem of point injection in an anisotropic medium is simplified to point injection in an isotropic medium with effective permeability [7]. The shape of the flow front in this case is also change into a spherical surface from ellipse shape.

By testing the injection resin mass into the preforms, the flow filling volume is calculated using the following formula (8) for the volume of half ellipsoid:

$$m = \frac{2\pi r_{2D}^2 z_f \phi \rho}{3} \quad (8)$$

where:

m is the injecting resin mass;

ρ – the resin density;

r_{2D} – the radii of flow front in plane.

The flow, z_f , in thickness direction can be calculated by ultrasound data, the flow front in plane, r_{2D} , and flow front in half spherical surface, r_f , are also calculated by equation (8) and (9):

$$r_f = \left(\frac{3m}{2\pi \rho \phi} \right)^{1/3} \quad (9)$$

From this relation and above equations, the effective permeability and transverse permeability are calculated as equation (10) and (11):

$$K_e = \frac{\eta \phi R_0^2}{6(P_0 - P_f)t} \left[2 \left(\frac{r_f}{R_0} \right)^3 - 3 \left(\frac{r_f}{R_0} \right)^2 + 1 \right] \quad (10)$$

$$K_z = \left(\frac{z_f}{r_f} \right)^2 K_e \quad (11)$$

Transverse permeability measurement method based ultrasound monitoring technique

Ultrasound monitoring technique is one of the most widely used non-destructive methods for the inspection and process of preforms and composites [11]. Ultrasound is transmitted into the preforms from a transducer and the resulting penetrable signal is received and mapped in terms of spatial location, transition time and/or amplitude. To characterize material permeability, ultrasound measurement time-of-flight (TOF) method technique has been investigated. Time-of-flight technique was tested in order to characterize trough-thickness flow front evolution for three-dimensional permeability measurements. The permeability is usually obtained from the measurement of flow front propagation through a stack of fibre preforms.

In this works, an acoustic pulse is sent out, moving perpendicular through the layers of a stack of fibres and is received by an ultrasonic transducer on the opposite site. Infiltrating the fibres with resin in thickness direction, as shown in figure 2, will result in the

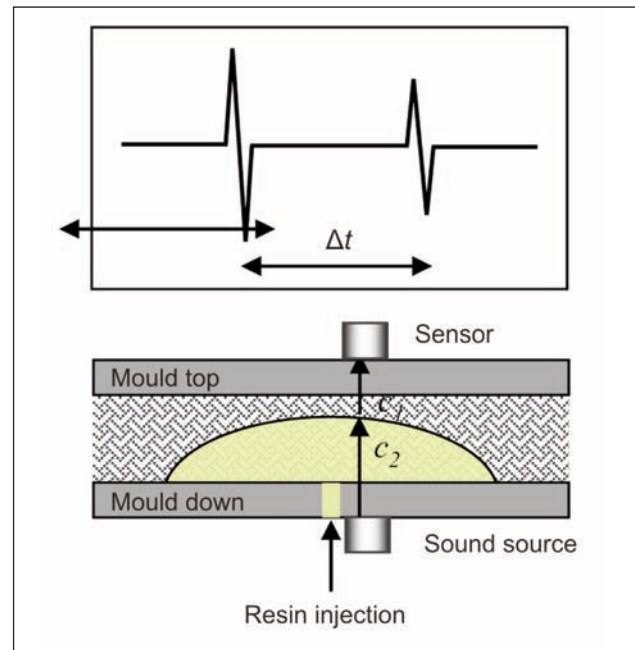


Fig. 2. Illustration of measuring the flow front location by ultrasound transmission

formation of two media with different sound speeds. Consequently the time an acoustic wave takes for propagating from the sound source through the two media to the receiver (TOF) depends on the values of the distances, which have to be covered by the acoustic wave within the two media [11].

The TOF is the summation of the fractions of times, which are needed for the transition through the two media. The mathematical expression for the TOF- t_f is given by equation (12):

$$t_f = \frac{z_f}{c_2} + \frac{z_r - z_f}{c_1} + T_0 \quad (12)$$

where:

T_0 is a test rig dependent constant time offset;

z_r – the thickness of fibre stack between moulds;

c_1, c_2 are the acoustic velocity in dry fibres and wetted fibres, respectively.

The variable of interest is the location of the interface (i. e. the flow front coordinate in transverse direction) z_f which can be found by manipulating equation (12) to the form (13):

$$z_f = C^* t_f - Z_0 \quad (13)$$

where:

$$C^* = \frac{c_1 c_2}{c_1 - c_2}, \quad Z_0 = C^* \left(\frac{z_r}{c_2} + T_0 \right)$$

EXPERIMENTAL PROCEDURES

3D permeability measurement device

A device of 3D permeability measurement device was set up to test and monitor the 3D permeability (fig. 3). This apparatus consisted of two transparent plexiglass between which the fibre preforms package

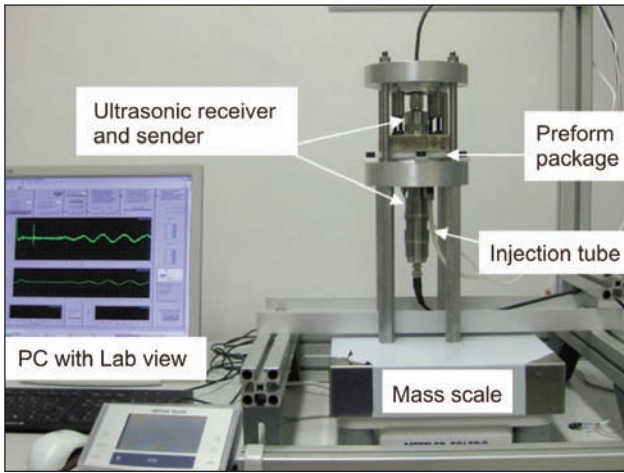


Fig. 3. 3D permeability measurement device (From: IVW)

compaction in the transverse direction. The resin injected from injection tube by pressure pot into preforms package and the resin liquid mass measured by electronic balance. The ultrasound send sensor and receive sensor were arranged at the down mould and up mould respectively to record the sound signals based on the LabView. The cavity thickness was 8 millimeters between the down mould and up mould, and the radius of injection port was 1.1 millimeter. When a Newtonian test fluid such as colleseed oil was injected at a constant pressure through the fibrous preforms, the receive sensor could record the diffuse transmit time when liquid arrived the different thickness position. For each new experiment, new stacks of fabrics were inserted in the device. The number of fabric layers placed in the device cavity depended on the individual thickness of each preform.

Materials and experimental conditions

The experiment materials used in this study were as table 1. The fluid used in the experimental procedure was a colleseed oil of 0.06–0.07 Pa · s viscosity at room temperature. The size of the preforms was adjusted to the size of the round mould to avoid oil propagation on the edge of the samples. The different layers fabric were superimposed and the yarns of each layers were disposed parallel to the corresponding yarns of the neighbouring fabric layer. For the glass fibre weave, 12–20 layers of 100 mm diameter discus were disposed for each test. The fibre volume fraction from the lower to the higher values was therefore available by adding layers. For each fabric, the experiment was conducted three times at each fibre volume fraction.

RESULTS AND DISCUSSIONS

Permeability results

By recording the ultrasound signals, it could be translated into the relation of flow front and time in liquid composite moulding, and then the transverse permeability could be calculated. The transverse perme-

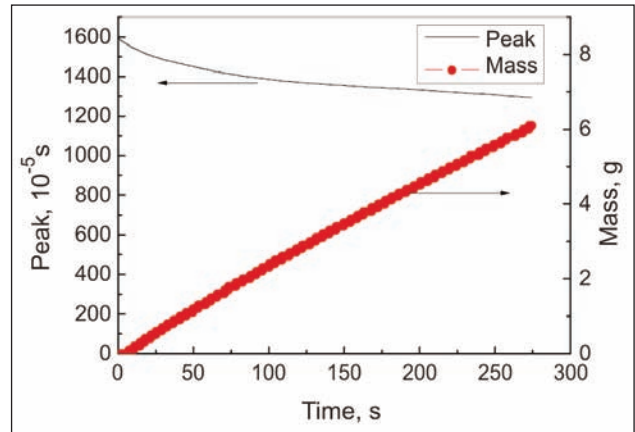


Fig. 4. Ultrasound signals peaks and the resin liquid mass versus inject time

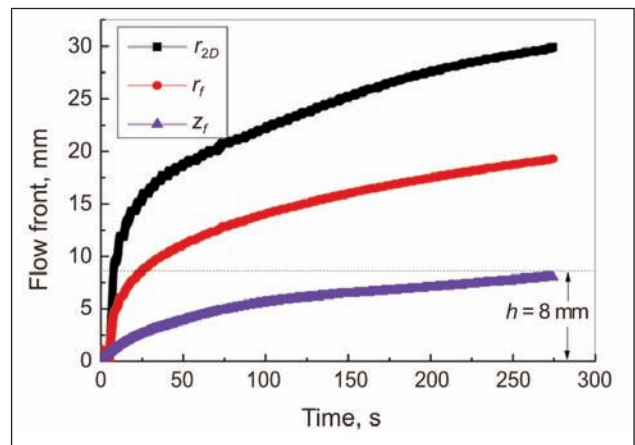


Fig. 5. Flow front versus inject time

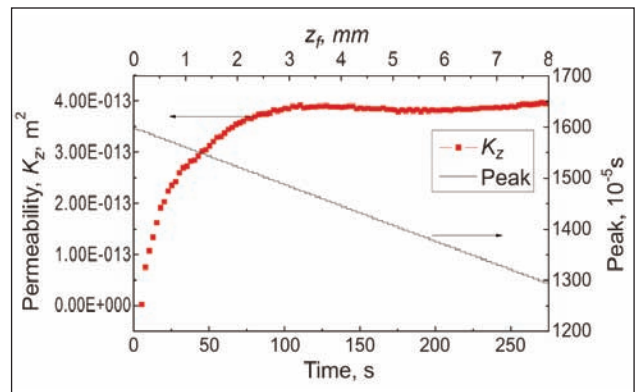


Fig. 6. Transverse permeability versus time and ultrasound signals peaks versus flow front

ability of twill fabric (PGTex # 3, at $V_f = 54.8\%$) was tested at first, figure 4 shown the ultrasound signals peaks, figure 5 shown the different flow front in different directions with time.

As shown in figure 6, by the relation of flow front in transverse direction and the ultrasound signal peaks, it could be found the relation of transverse permeability and inject time. By experiment results it could

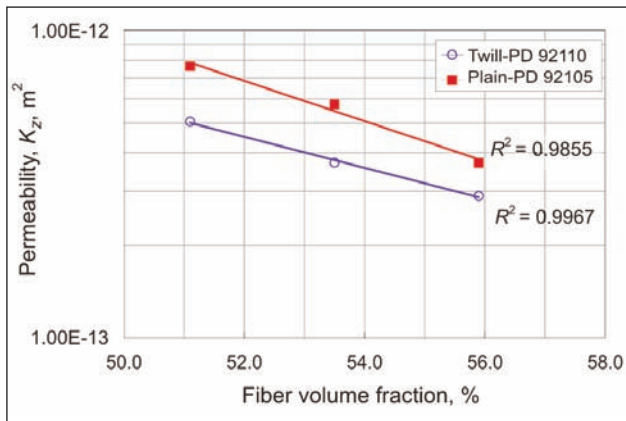


Fig. 7. Transverse permeability in different structure fabrics

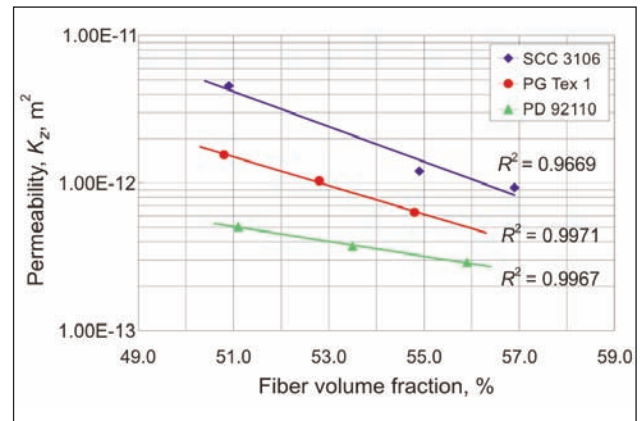


Fig. 8. Transverse permeability in different weaving density twill fabrics

be found that the transverse permeability increased quickly at the beginning of resin injection processing, with the increase of flow front in transverse direction the transverse permeability would tend to stability.

Permeability in different structure fabrics

At first the influence of different structure fabrics on transverse permeability was investigated. The transverse permeabilities of different structure fabrics (plain weave and twill weave) were compared. From figure 7, the transverse permeabilities in plain and twill were both decreased with the fibre volume fraction. At the same fibre volume fraction, the transverse permeability of plain was higher than twill's. The reason was caused by different structure. The yarns in warp and weft direction in plain were more overlap cross point than twill, which lead to more frequently crimps in yarns and form more flow channels and nests, so that the resin flowed more easily into porous fabric preforms in LCM process.

Also by compared the transverse permeability in different weaving density, the different weaving density had great effect on transverse permeability. As shown in figure 8, the three fabrics were same twill structure, but they had different weaving density, the relation of weaving density was as follows: $SCC3106 (6.16 \text{ picks/cm} \times 6.61 \text{ picks/cm}) < PG \text{ tex} \# 1 (7.45 \text{ picks/cm} \times 7.45 \text{ picks/cm}) < PD 92110 (12.0 \text{ picks/cm} \times 11.5 \text{ picks/cm})$. The transverse permeabilities in different weaving density fabrics were all decreased with the fibre volume fraction. At the same fibre volume fraction, the transverse permeability of SCC3106 was higher than others, and the transverse permeability of PD92110 was lowest, and the PG Tex #1 between them. From above results, it could conclude that when the weaving density became higher, it would result the interspaces between of yarns became much narrower, and the flow channels and pores also became smaller, so it would decrease the transverse permeability and not advantage for resin flowing in LCM process.

Further more, the influence of different yarn linear density of fabrics on transverse permeability was analyzed. When yarn linear density changed a little, the flow channels sizes would change obviously, and had greatly impact on the transverse permeability. The three fabrics were same twill structure and same weaving density, but different yarn linear density, and the linear density in warp and weft were as follows: $PG \text{ tex} \# 1 (272 \text{ tex} \times 272 \text{ tex}) > PG \text{ tex} \# 5 (204 \text{ tex} \times 204 \text{ tex}) > PG \text{ tex} \# 2 (136 \text{ tex} \times 136 \text{ tex})$. As shown in figure 9, the fibre volume fraction, V_f was at 55%, the lower linear density, the interspaces between yarns were bigger, the injection resin mass was higher and the time was shorter. From figure 10, it was shown that when resin penetrated the thickness of fabric stacks, the injection time in low linear density fabric of $PG \text{ tex} \# 2$ was short than others and the time was longest in high linear density fabric of $PG \text{ tex} \# 1$.

From figure 11, the flow front in 2D plane and global effective flow front with time were compared in different yarn linear density fabrics. When the yarn linear density, $PG \text{ tex} \# 1$, was higher, the flow channels were narrow, so it took longer injection time, and the

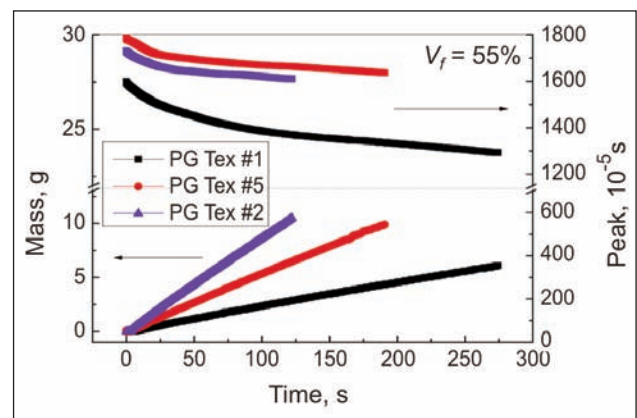


Fig. 9. Flow mass and ultrasound signals peaks versus inject time in three fabrics with different yarn linear density

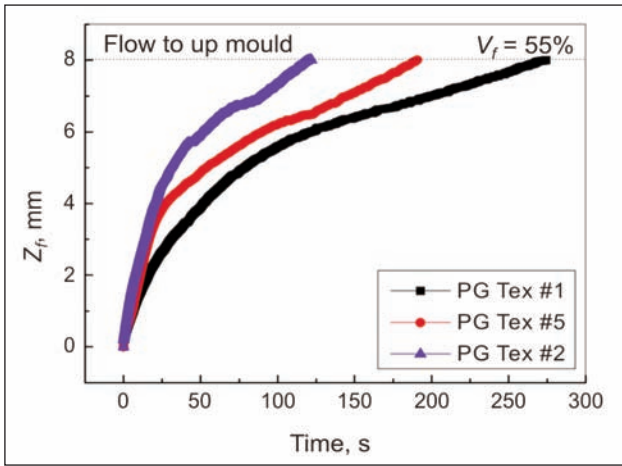


Fig. 10. Flow front in thickness direction versus inject time in three fabrics with different yarn linear density

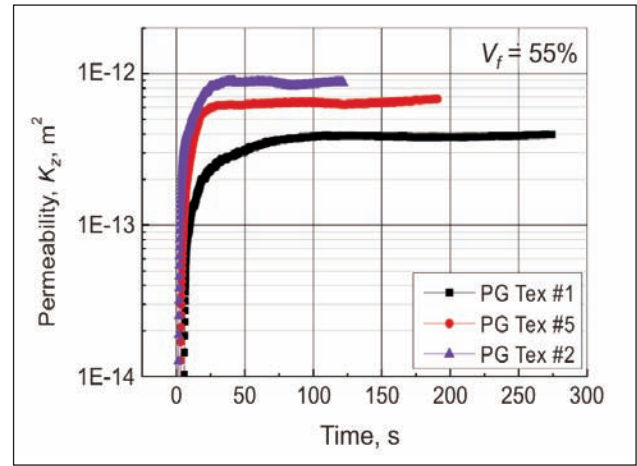


Fig. 12. Transverse permeability versus time in three fabrics with different yarn linear density at $V_f = 55\%$

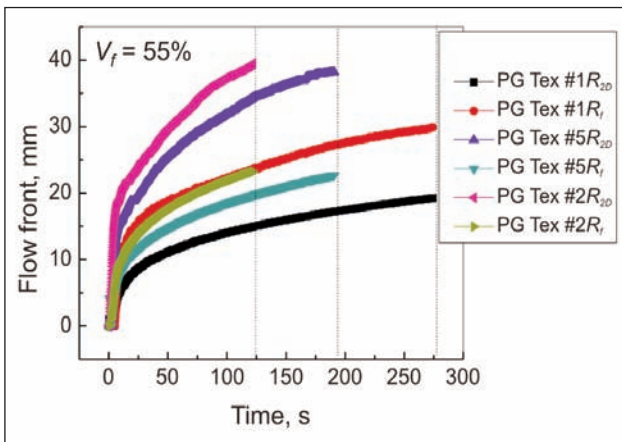


Fig. 11. Flow front in thickness direction and in plane versus inject time in three fabrics with different yarn linear density

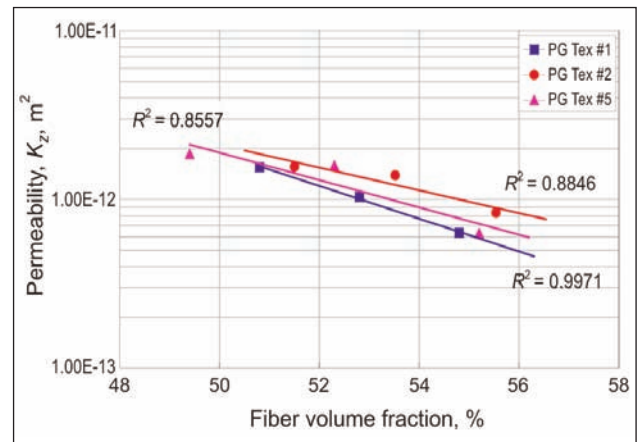


Fig. 13. Transverse permeability versus fibre volume fraction in three fabrics with different yarn linear density

R_f and R_{2D} were lower than other two, while in the *PG tex # 5* and *PG tex # 2* fabrics the yarn linear density were lower, which indicated the permeability in 2D plane was higher than transverse permeability in these fabrics with lower yarn linear density.

From figure 12, the lower yarn linear density of fabrics, the higher transverse permeability, and there were bigger pores in them which result in resin flowing easily.

From figure 13, the transverse permeability in these three different yarn linear density were all decreased with increase of fibre volume fraction.

The transverse permeability in fabrics, *PG tex # 2*, with lower yarn linear density was higher than fabric, *PG tex # 1*, with in higher yarn linear density, and the fabric with middle yarn linear density (*PG Tex #5*) was between them, the variation trend was also similar.

When yarn linear density became lower, it would make the pores size between fibres increase, resulting in more and greater flow channel and increasing transverse permeability, which will help the impreg-

nation of resin flow, particularly in the injection molding of large thick structure composites in LCM process.

CONCLUSIONS

A new measuring method based on the ultrasound transmission principle was developed, which permits for measurement of the momentary position of the transverse flow front inside fabric preforms with injection time. By recorded the ultrasound signals, it could be translated into the relation of flow front and time in LCM process, and then the transverse permeability and global effective permeability could be calculated at any injection time.

Different structure fabrics had great influence on transverse permeability, and the resin flowed more easily into plain fabric and with higher transverse permeability than twill fabric in LCM process.

Different weaving density had great effect on transverse permeability. When the weave density became higher, it would result the interspaces between of

yarns became narrower, and also transverse permeability became lower.

When yarn linear density changed a little, the flow channels sizes would change significantly, and had greatly impact on the flow behaviour.

When yarn linear density became lower, it would make the pores size between fibres increase, resulting in more and greater flow channels and increasing transverse permeability.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank the Institute für Verbundwerkstoffe (IVW), Kaiserslautern, Germany for permeability test equipments, and some contributions by Dipl.-ing. Gunnar Rieber for some permeability experiments and analysis, and the fabric materials of PGTex Company, Changzhou, P.R. China, and China Scholarship Council for granting a scholarship that enabled Jinhua Jiang to study at IVW.

BIBLIOGRAPHY

- [1] Ouagne, P., Bréard, J. *Continuous transverse permeability of fibrous media*. In: Composites: Part A, 2010, vol. 41, issue 1, p. 22
- [2] Bréard, J., Henzel, Y., Trochu, F., Gauvin, R. *Analysis of dynamic flows through porous media. Part II: Deformation of a double-scale fibrous reinforcement*. In: Polymer Composite, 2003, issue 24, p. 409
- [3] Ahn, S. H., Lee, W. I., Spinger, G. S. *Measurement of the three-dimensional permeability of fiber preforms using embedded fiber optic sensors*. In: Journal of Composite Materials, 1995, vol. 29, issue 6, p. 714
- [4] Ballata, W. O., Walsh, S. M., Advani, S. G. *Determination of the transverse permeability of a fiber preform*. In: Journal of reinforced plastics and composites, 1999, vol. 18, issue 6, p. 1 450
- [5] Weitzenböck, J. R., Shenoi, R. A., Wilson, P. A. *Radial flow permeability measurement. Part B: Applications*. In: Composites. Part A. Applied Science and Manufacturing, 1999, vol. 30, issue 6, p. 797
- [6] Ahn, S. H., Lee, W. L., Springer, G. S. *Measurement of the three-dimensional permeability of fiber preforms using embedded fiber optic sensors*. In: Journal of Composite Materials, 1995, vol. 29, issue 6, p. 714
- [7] Nedanov, P. B., Advani, S. G. *A method to determine 3d permeability of fibrous reinforcements*. In: Journal of Composite Materials, 2002, vol. 36, p. 241
- [8] Levy, R. L., Schwab, S. D. *Monitoring the composite curing process with a fluorescence-based fiber-optic sensor*. In: Polymer Composites, 1991, vol. 12, issue 2, p. 96
- [9] Mathur, R., Advani, S. G., Parnas, R. S., Fink, B. K. *An evanescent wave fluorescence fiber optic flow sensor for resin transfer molding*. 29 International SAMPE Technical Conference, 1997, p. 42
- [10] Stöven, T. *Beitrag zur ermittlung der permeabilität von flächigen faseralbzeugen*. Institut für Verbundwerkstoffe GmbH/TU, Kaiserslautern, Germany, 2004
- [11] Stöven, T., Weyrauch, F., Mitschang, P., Neitzel, M. *Continuous monitoring of three-dimensional resin flow through a fibre preform*. In: Composites: Part A, 2003, issue 34, p. 475
- [12] Kissinger, C. *Ganzheitliche betrachtung der harzinjektionstechnik-messsystem zur durchgängigen fertigungskontrolle*. Institut für Verbundwerkstoffe GmbH/TU, Kaiserslautern, Germany, 2001
- [13] Darcy, H. *Les fontaines publiques de dijo*. Dalmont Paris, 1856
- [14] Brusckke, M. V., Advani, S. G. *A numerical approach to model non-isothermal, viscous flow with free surfaces through fibrous media*. In: International Journal of Numerical Methods in Fluids, 1994, issue 19, p. 575
- [15] Chan, A. W., Hwang, S. T. *Anisotropic in-plane permeability of fabric media*. *polymer engineering and science*, 1991, vol. 31, issue 16, p. 1 233

Authors:

JIANG JINHUA

CHEN NANLIANG

College of Textiles - Donghua University;
Engineering Research Center of Technical Textiles
Ministry of Education;
Research Institute of Donghua University
Shanghai 201620, P. R. China
e-mail: jjh002@hotmail.com

WANG ZEXING

College of Textiles - Donghua University;
Engineering Research Center of Technical Textiles
Ministry of Education
Shanghai 201620, P. R. China
e-mail: zexing.wang@gmail.com

Correspondence author:

CHEN NANLIANG

e-mail: nlch@dhu.edu.cn



MATERIALE IGNIFUGE CU VIZIBILITATE RIDICATĂ

Companiile **Waxman Fibres**, din Elland – Marea Britanie, și **Toledo Knitting Ltd.** – producătoare de materiale tricotate, cu sediul în Pinxton – Marea Britanie, au dezvoltat o serie de materiale ignifuge (FR), de culoarea portocalie, cu o înaltă vizibilitate.

Gama de tricouri **Protal** a fost realizată de compania Toledo în conformitate cu standardele Uniunii Europene privitoare la vizibilitatea ridicată (EN 471) și, respectiv, la protecția împotriva căldurii și flăcării (EN 11612). Aceste materiale prezintă o serie de avantaje: sunt respirabile, confortabile în purtare și au un preț de cost redus. Pentru producerea lor, s-a folosit tehnologia în curs de brevetare Protal, elaborată de compania Waxman Fibres și lansată la expoziția A + A, organizată la Düsseldorf – Germania, în perioada 18 – 21 octombrie 2011.

Gama de tricouri **Protal** a fost obținută dintr-o combinație de fibre modacrilice Protex, viscoză FR – gama SO și alte fibre de înaltă performanță, în amestec cu fibre lungi din bumbac pieptănat. Waxman furnizează patru tipuri din acest amestec, fiecare oferind un nivel diferit de protecție, în funcție de criteriile de utilizare finală (fig. 1).



Fig. 1

Absența oricărui tratament chimic conferă tricourilor FR un tușeu moale și natural, vizibilitate ridicată și un înalt grad de rezistență la spălări industriale repetate,

la curățarea chimică și la tratamentele de îndepărtare a petelor.

Gama Protal este disponibilă într-o mare varietate de dimensiuni și de culori. Materialele pot fi vopsite în conformitate cu normele prevăzute în standardul GO/RT 3279, privind articolele destinate lucrătorilor feroviari și subcontractanților.

Directorul tehnic al companiei Waxman Fibres, Peter Seward declara: "*Culoarea portocalie, de mare vizibilitate, este aproape imposibil de obținut pe un alt material, în afara celui din poliester, care, deși poate fi produs la costuri foarte mici, nu este nici ignifug, nici confortabil în purtare ... Cu toate acestea, există o cerere semnificativă pentru aceste materiale de mare vizibilitate, de culoare portocalie, în special în sectorul transporturilor*".

Sursa: www.protal.co.uk



NOI TEHNOLOGII DE ACOPERIRE

Tehnologia suprafețelor reactive (RST), creată de **Alexium**, se bazează pe reacții chimice brevetate, induse de microunde, care permit aplicarea unor pelicule nanoscopice pe o largă varietate de fibre, printr-un proces "reel to reel" continuu – ceea ce prezintă avantaje semnificative în ceea ce privește compatibilitatea cu echipamentul existent de producție a textilelor.

Anumite fibre – aramidele, polipropilena și poliamida – sunt relativ inerte și nu au suprafețe foarte reactive. În consecință, procesele convenționale de acoperire se bazează, de obicei, pe legăturile chimice cu suprafața materialului, care pot fi greu de realizat în absența acestor zone reactive.

Acoperirile RST se leagă covalent de suprafața fibrei sau, când acest lucru nu este posibil, formează o peliculă nanoscopică în jurul fibrelor individuale. Procesul este rapid și prietenos mediului, permițând aplicarea unor pelicule unifuncționale/multifuncționale pe majoritatea fibrelor, aproape independent de chimia suprafețelor acestora.

Procesul se bazează pe xilani organici – produse chimice care conțin siliciu și care reunesc funcționalități organice și anorganice în aceeași moleculă, folosiți deja pe scară largă ca agenți de cuplare într-o gamă largă de aplicații și produse, comercializate de Bluestar, Degussa, Dow Corning, Evonik și Wacker. Tratamentul de ignifugare realizat de Alexium se bazează pe un mecanism de formare a unui strat protector pe bază de nanocompozite din carbon, fără

picurare și topire, așa cum se întâmplă în cazul multor țesături sintetice hidrofobizate.

În plus, performanța este realizată fără folosirea produselor chimice halogenate și, deși sunt disponibile și acoperiri dense aplicate de dosul țesăturii pentru ignifugarea poliamidei, utilizarea acestora este limitată din cauza greutății lor mari și a impermeabilității.

Având resurse financiare semnificative, Alexium a stabilit, ca prioritate imediată, instalarea unor linii de producție pentru noile tratamente de ignifugare, oleofobizare și hidrofobizare a poliamidei la fabricile partenerilor.

“Prima instalare se va face în S.U.A., unde peliculizarea ignifugă a poliamidei este foarte răspândită, în comparație cu Europa, și unde tind să domine țesăturile din poliester. În noua unitate de producție de la Greer, din Carolina de Sud, se pot face încercări pe mii de metri de țesătură, însă prioritatea, în etapa următoare, o constituie instalarea unei linii ce poate opera cu milioane de metri de țesătură... După S.U.A., o a doua linie de producție ar putea fi instalată în Australia”... “Putem observa clar că acest tratament de ignifugare poate avea un impact pozitiv asupra pieței și suntem convinși de potențialul acestuia și foarte mulțumiți de progresele înregistrate de echipa tehnică. Este o abordare revoluționară, foarte diferită de orice alt tratament de ignifugare. După realizarea transferului tehnologic la aplicații pe poliamidă, vom explora aplicații pe alte țesături sintetice sau amestecuri” – a afirmat Ștefan Susta, directorul executiv al companiei.

În anul 2011, Alexium a anunțat crearea unor parteneriate comerciale cu International Textile Group și cu Bruck Textiles, cel mai mare producător de textile tehnice din Australia.

Datorită avantajelor inerente pe care le are față de alte fibre, poliamida rămâne alegerea principală pentru multe subansambluri vestimentare, inclusiv pentru îmbrăcămintea de vreme rece a soldaților din armata S.U.A., care are, în prezent, 1,4 milioane de soldați activi și 800 000 de soldați în rezervă.

Smarttextiles and nanotechnology,
aprilie 2012, p. 6;
www.alexiuminternational.com

PELICULIZAREA CU POLIMERI CERAMICI PENTRU PROTECȚIE ÎMPOTRIVA CĂLDURII ȘI CREȘTEREA REZISTENȚEI LA ABRAZIUNE

Folosirea particulelor ceramice încorporate într-o matrice polimerică pentru acoperirea suprafeței unui material textil îmbunătățesc atât rezistența la abraziune, cât și proprietățile termice ale acestuia. **Schoeller Textil AG Sevelen** a elaborat o metodă de peliculizare cu polimeri ceramici "ceraspace", care,

aplicată pe un material din piele, determină o creștere a rezistenței la abraziune a acestuia de aproximativ trei ori (fig. 1). În plus, folosirea metodei de peliculizare tridimensională conferă rezistență la căldură și creează o barieră spațială între materialul textil și orice sursă de căldură.

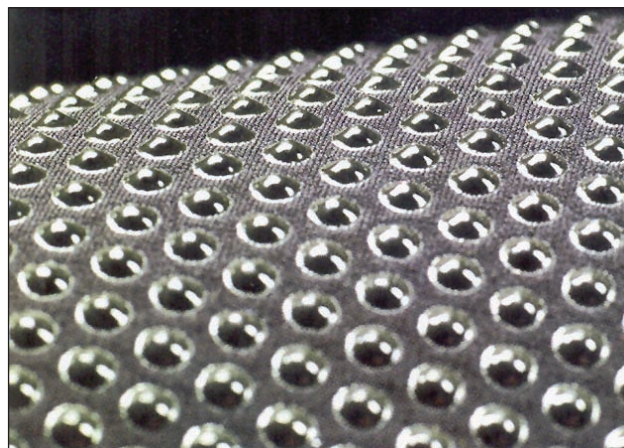


Fig. 1

Pentru a stabili eficiența acestei tehnologii, Schoeller a efectuat o evaluare comparativă a proprietăților unui material din piele de înaltă calitate, cu și fără peliculizare cu polimeri ceramici, utilizând aparatul de încercare la abraziune Schopper, care funcționează cu hârtie abrazivă P 280, în conformitate cu standardul german DIN 53863. În timpul celui de-al doilea experiment, a fost simulată o cădere de pe motocicletă și a fost evaluat gradul de deteriorare a materialului textil. Mostrele testate au arătat că materialul care a fost supus peliculizării "ceraspace", a rămas nedeteriorat după mai multe accidente la viteze de până la 120 km/h^{-1} – aceasta fiind viteza maximă la care s-au efectuat testele pe echipamentul Schoeller. Schoeller susține, de asemenea, că tehnologia de peliculizare oferă protecție purtătorului împotriva leziunilor cauzate de căldură și abraziune prin frecare, în astfel de căderi. Acest lucru a fost demonstrat în cadrul testelor comparative de rezistență la căldură. Materialul din piele netratat, care a fost supus la o temperatură de 550°C , s-a întărit și a început să plesnească și să se contracte, iar cel supus peliculizării "ceraspace" a suferit doar ușoare deteriorări ale peliculizării și nu s-au contractat.

Peliculizarea cu polimeri ceramici poate fi aplicată pe diverse alte materiale textile, pentru a oferi funcționalități suplimentare, cum ar fi rezistența la tăiere și managementul umidității.

Aplicațiile potențiale ale acestei tehnologii includ articole de îmbrăcămintă de protecție pentru motocicliști, muncitori și militari, articole de încălțăminte, garnituri de protecție pentru îmbrăcămintea de schi și timp liber etc.

Sursa: www.schoeller-textiles.com

100 DE ANI DE LA NAȘTEREA CONF. UNIV. ING. VASILE D. COPILU



Născut pe 1 iunie 1911, în satul Șutu, din județul Cluj, ing. Vasile Copilu ar fi împlinit anul acesta 101 ani.

Vasile Copilu a fost un bun specialist în filarea bumbacului și un dotat cadru didactic universitar, aducându-și aportul la perfecționarea și dezvoltarea unitară a acestei specialități. A urmat școala primară în satul natal, apoi gimnaziul și liceul la Școala de Arte și Meserii și la Liceul Ferdinand din Turda, iar din 1929 a urmat cursurile Școlii de Conducători Tehnici din Cluj, secția de electromecanică, absolvită în 1933.

În urma unui concurs susținut la București – sponsorizat de Agenția de filare a bumbacului, din Glasgow, cea care a construit, în Tâlmăciu, fabrica de ață "Românofir" – a plecat în Anglia, pentru a se specializa în filarea bumbacului. A frecventat cursurile Colegiului Textil din Glasgow, până în 1937. Titlul de inginer obținut în Anglia i-a fost recunoscut în țară.

Reîntors în țară a lucrat ca inginer la fabrica "Românofir", din Tâlmăciu, apoi – din 1950 – la fabrica "Țesătura", din Iași. Aici a participat direct la punerea în funcțiune a Filaturii de bumbac – de la instalarea mașinilor până la organizarea procesului tehnologic. Astfel, și-a pus în valoare talentul și priceperea în rezolvarea unor probleme tehnice de mare complexitate, legate de exploatarea unor utilaje moderne (1949), importate din Anglia și a condus cu multă dăruire începuturile acestei întreprinderi.

În paralel cu activitatea desfășurată direct în producție, încă din 1954 a ținut ore la Facultatea de Mecanică și apoi la cea de Industrie Ușoară din cadrul Institutului Politehnic Iași, fiind șef de lucrări și apoi conferențiar. Din anul 1960 a renunțat la activitatea de producție, dedicându-se exclusiv muncii didactice la Catedra de filatură, din cadrul Facultății de Textile – din Iași, unde a devenit titularul disciplinei "Filatura de bumbac", până la pensionare, în 1973. Prin vasta experiență în producție și prin caracterul sistematic al prelegerilor ținute în fața studenților, dar și prin participarea directă la organizarea bazei materiale necesare unui învățământ superior de calitate, Vasile Copilu a contribuit substanțial la formarea și afirmarea a numeroase serii de ingineri textiliști. Merite deosebite îi revin în elaborarea mai multor manuale și tratate tipărite pe plan central, sub egida Editurii Tehnice din București, cele cinci cărți editate reprezentând lucrări de bază solicitate și astăzi de studenții și de specialiștii în producție, în cercetare și proiectare. Prin cele peste 50 de lucrări științifice publicate în reviste de specialitate, conf. ing. Vasile Copilu a contribuit la îmbunătățirea tehnologiilor de fabricație și a calității firelor textile. Un loc deosebit în activitatea desfășurată în calitate de cadru didactic universitar l-au ocupat problemele legate de organizarea și conducerea procesului de învățământ textil.

În perioada 1964–1973 a fost șef al catedrei de Filatură, iar în anii 1961–1963 a devenit prodecan al Facultății de Industrie Ușoară. Timp de 10 ani, între 1963 și 1973, a fost decanul acestei facultăți, în această perioadă realizând o serie de transformări, care au vizat elaborarea unor planuri de învățământ, introducerea de noi discipline și capitole ale cursurilor universitare, în pas cu progresele înregistrate în știință și tehnică. A contribuit la rezolvarea unui spectru larg de probleme, fiind în comisiile de doctorat și participând la lucrările Consiliului Facultății și al Senatului Universității, precum și la lucrările Consiliului Național al Învățământului Superior din România și al Colegiului Ministerului Industriei Ușoare.

După pensionare, în 1973, a lucrat ca profesor consultant în cadrul facultății și ca cercetător principal în cadrul filialei din Iași a Institutului de Cercetări Textile, cu sediul în București, pe care a și condus-o. În anul 1978, din cauza sănătății precare, s-a retras din activitate.

A participat la peste 65 de conferințe, atât în țară, cât și în străinătate (R.D.G., U.R.S.S., R.A. Egipt), în cadrul cărora a împărtășit participanților multe din cunoștințele și realizările sale. A păstrat legături fructuoase cu institutele de specialitate, cu specialiști din Ungaria, Polonia, R.D.G., S.U.A., Franța etc.

Merită amintit faptul că, încă în perioada activității sale în producție, ca inginer, a primit – drept recunoaștere a priceperii sale – Diploma de onoare – în 1955, Medalia Muncii – în 1956 (deși nu era membru de partid!) și diplome acordate de Asociația științifică a inginerilor și tehnicienilor din România (A.S.I.T.), a cărui membru era și în care a activat cu eficiență.

I-au fost brevetate trei invenții (în anii 1957 și 1958), prin care a adus îmbunătățiri procesului tehnologic dintr-o filatură de bumbac.

A avut o frumoasă viață de familie, s-a ocupat – alături de soție – de creșterea și educarea celor doi copii, s-a bucurat de patru nepoți și s-ar fi bucurat și de cei șapte strănepoți, veniți pe lume când ing. Vasile Copilu era plecat deja din această viață.

A murit împăcat că și-a făcut datoria de om, de tată și bunic, de profesionist priceput, serios și responsabil, la 21 octombrie 1993. Este înmormântat în cimitirul Eternitatea, din Iași.

Îi păstrăm o caldă amintire!

*Prof. univ. dr. ing. DANIEL CHINCIU
Facultatea de Textile-Pielărie și Management Industrial
Universitatea Tehnică „Gheorghe Asachi” – Iași*